

DK 364698

MA 905255

GRIFFON

N° d'ordre : 89 ISAL 0072

Année 1989

THESE

présentée

DEVANT L'INSTITUT NATIONAL DES SCIENCES APPLIQUEES DE LYON

pour obtenir

LE GRADE DE DOCTEUR Spécialité :

Transferts thermiques

par

Alain GEVAUDAN

Ingénieur E.N.S.T.I.M.A.

ETUDE DU SECHAGE PAR CONTACT DE
MILIEUX GRANULAIRES AGITES

APPLICATION A L'OPERATION DE CUISSON-SECHAGE
DE LA PULPE DE MANIOC.

Soutenue le 16 octobre 1989 devant la Commission d'Examen :

Jury	MM	ANDRIEU	Julien
		BORDET	Jacques
		GRIFFON	Dany
		LAURENT	Michel
		MERIGOUX	Jacques
		ROQUES	Michel

SERVICE DOCUMENTATION
CEEMAT

26

à Dany

pour son paitien, sa
confiance et sa passion
communicative de l'Afrique...
avec mes Amis/ies

A stylized handwritten signature, possibly reading 'AS', enclosed within a large, horizontal oval loop.

THESE

présentée

DEVANT L'INSTITUT NATIONAL DES SCIENCES APPLIQUEES DE LYON

pour obtenir

LE GRADE DE DOCTEUR Spécialité :

Transferts thermiques

par

Alain GEVAUDAN

Ingénieur E.N.S.T.I.M.A.

ETUDE DU SECHAGE PAR CONTACT DE
MILIEUX GRANULAIRES AGITES

APPLICATION A L'OPERATION DE CUISSON-SECHAGE
DE LA PULPE DE MANIOC.

Soutenue le 16 octobre 1989 devant la Commission d'Examen :

Jury	MM	ANDRIEU	Julien
		BORDET	Jacques
		GRIFFON	Dany
		LAURENT	Michel
		MERIGOUX	Jacques
		ROQUES	Michel

AVANT - PROPOS

Ce travail a été réalisé sous la direction de M. Julien ANDRIEU, Professeur au Laboratoire d'Automatisme et de Génie des Procédés de l'Université Claude Bernard - Lyon I. Je lui adresse mes remerciements les plus vifs pour ses conseils et son soutien tout au long de ces travaux de recherches.

J'exprime également toute ma gratitude à M. Jacques BORDET, Directeur de l'Ecole Centrale de Lyon, pour avoir accepté la présidence de ce jury en plus de ses nombreuses activités.

Mes remerciements les plus sincères vont à M. Michel LAURENT, Professeur à l'INSA de Lyon, et à M. Michel ROQUES, Professeur à L'E.N.S.I.C. de Nancy, pour l'honneur qu'ils m'ont fait en examinant ce mémoire et pour les critiques constructives qu'ils ont apportées.

C'est avec grand plaisir que je témoigne ma reconnaissance à M. Dany GRIFFON, responsable du département Génie et Technologie Alimentaire du C.E.E.M.A.T., qui a su créer au sein de sa dynamique équipe un cadre matériel et relationnel favorable à la réalisation de ces travaux. Je le remercie en outre de m'avoir fait partager sa passion des régions tropicales africaines et du "qualitatif".

Mes remerciements s'adressent à M. Jacques MERIGOUX, Directeur scientifique du CETIAT, pour l'intérêt qu'il a porté à ce travail et pour avoir accepté de participer au jury de thèse d'un nouveau collaborateur.

J'exprime toute ma gratitude à M. Philippe GAUTHIER, Directeur de la Sarl GAUTHIER, qui m'a accueilli au sein de son entreprise et a contribué à financer ces recherches. J'espère que ma modeste contribution à ces trois ans d'activités communes a été le témoignage de mon intérêt pour son entreprise et de ma reconnaissance pour ce premier apprentissage du milieu industriel.

Je n'aurai garde d'oublier les précieux conseils et le sens des relations humaines de M. Gérard CHUZEL, responsable du programme Manioc au C.E.E.M.A.T., qui outre son aide et son intérêt constant, a contribué par son amitié à donner une dimension supplémentaire à ces travaux.

Je tiens également à remercier les nombreux artisans de ce travail, qui au travers de leur aide matérielle, de leur bonne humeur, de leur sympathie ou de leur amitié ont su remobiliser mes forces morales dans les moments de doute et de découragement. Bien qu'il soit difficile de les nommer tous, que Jean-François CRUZ, Michel RIVIER, Anne-Lucie WACK, Corine PORTES, Michel JORY, André THEMELIN, Stéphane GUILBERT soient assurés de ma reconnaissance.

La justification d'un concept physique réside exclusivement dans la relation claire et sans ambiguïté qu'il a avec des faits pouvant être expérimentés.

Albert EINSTEIN " *On the theory of relativity* "

La réponse est oui, mais quelle peut bien être la question ?

Woody Allen " *Dieu, Shakespeare et moi, Opus 1* "

PLAN GENERAL

CHAPITRE 1 : DU MANIOC AU GARI

CHAPITRE 2 : LA GELATINISATION DE LA PULPE DE MANIOC

CHAPITRE 3 : PROPRIETES THERMODYNAMIQUES DE LA PULPE DE MANIOC

CHAPITRE 4 : PROPRIETES INTRINSEQUES DE LA PULPE DE MANIOC ET DU GARI

CHAPITRE 5 : ETUDE EXPERIMENTALE ET THEORIQUE DU SECHAGE PAR CONTACT DE MILIEUX GRANULAIRES AGITES

CHAPITRE 6 : ETUDE DE L'OPERATION DE CUISSON SECHAGE DE LA PULPE DE MANIOC

TABLE DES MATIERES

PLAN GENERAL	1
TABLE DES MATIERES	2
NOTATIONS	7
RESUME	11
ABSTRACT	14
INTRODUCTION	16
 CHAPITRE 1. : DU MANIOC AU GARI	
 1.1. LE MANIOC	19
1.1.1. Généralités	19
1.1.2. Caractéristiques physiologiques du manioc	20
1.1.3. Caractéristiques biochimiques	21
1.1.3.1. Composition biochimique	21
1.1.3.2. L'amidon de manioc	22
 1.2. LE GARI	24
1.2.1. La transformation du manioc en gari	24
1.2.1.1. Généralités sur les procédés de transformation du manioc	24
1.2.1.2. Le procédé traditionnel de préparation du gari	25
1.2.2. Caractérisation du gari	27
1.2.3. L'opération de cuisson-séchage	29

CHAPITRE 2. : LA CUISSON DE LA PULPE DE MANIOC

2.1. TRAITEMENT HYDROTHERMIQUE DE L'AMIDON	33
2.2. LA GELATINISATION DE L'AMIDON	34
2.2.1. Aspect thermodynamique	34
2.2.2. Influence de la teneur en eau	35
2.2.3. Interprétation physico-chimique de la gélatinisation	37
2.2.3.1. Approche classique	37
2.2.3.2. Nouvelle approche	37
2.2.3.3. La relaxation de structure	39
2.2.3.4. Cinétique du phénomène de gélatinisation	40
2.3. LA GELATINISATION DE LA PULPE DE MANIOC	40
2.3.1. Matériels et méthodes	40
2.3.1.1. L'Analyse Enthalpique Différentielle	40
2.3.1.2. Mode opératoire	46
2.3.1.3. Expérimentations réalisées	47
2.3.2. Résultats et discussions	47
2.3.2.1. Influence de la teneur en eau	47
2.3.2.2. Influence de la cinétique de chauffe	52
2.3.2.3. Etude cinétique	53
2.4. CONCLUSIONS	57

CHAPITRE 3. : PROPRIETES THERMODYNAMIQUES DE LA PULPE DE MANIOC

3.1. GENERALITES SUR LE PHENOMENE DE SORPTION	59
3.1.1. L'activité de l'eau	59
3.1.2. Les isothermes de sorption	59
3.1.3. Liaison de l'eau et de la matière sèche	60
3.1.4. Thermodynamique du phénomène de sorption	62

3.2. DÉTERMINATION EXPÉRIMENTALE DES ISOTHERMES DE DÉSORPTION DE LA PULPE DE MANIOC	64
3.2.1. Matériels et méthodes	64
3.2.2. Résultats et discussion	65
3.2.2.1. Influence de la gélatinisation	67
3.2.2.2. Corrélation des résultats expérimentaux	70
3.3. DETERMINATION DE L'ENTHALPIE DE DESORPTION	71

CHAPITRE 4. : PROPRIETES INTRINSEQUES DE LA PULPE DE MANIOC ET DU GARI

4.1. INTRODUCTION	75
4.1.1. Préparation de la pulpe de manioc	75
4.1.2. Préparation du gari	75
4.1.3. Mesure de la teneur en eau	75
4.2. PROPRIETES PHYSIQUES DE LA PULPE DE MANIOC ET DU GARI	76
4.2.1. Matériel et méthodes	76
4.2.1.1. Granulométrie	76
4.2.1.2. Masses volumiques	76
4.2.1.3. Porosité totale	78
4.2.2. Résultats et discussion	78
4.2.2.1. Taille des grains	78
4.2.2.2. Masse volumique réelle	79
4.2.2.3. Evolution du volume des grains	82
4.2.2.4. Porosité des particules	84
4.2.2.5. Porosité totale du gari	84
4.3. PROPRIETES THERMIQUES DE LA PULPE DE MANIOC	85
4.3.1. La chaleur spécifique	85
4.3.1.1. Influence de la température	85
4.3.1.2. Influence de la teneur en eau	88
4.3.2. La conductivité thermique	89
4.3.2.1. Introduction	89
4.3.2.2. Choix d'un modèle théorique	89

4.3.2.3. Conductivité thermique de la pulpe de manioc sèche	91
4.3.2.4. Conductivité thermique de la pulpe avant cuisson-séchage	92
4.3.2.5. Comparaison des valeurs expérimentales avec différents modèles	94
4.3.2.6. Prédiction de la conductivité thermique effective d'une couche de pulpe de manioc	95

CHAPITRE 5. : ETUDE DU SECHAGE PAR CONTACT DE MILIEUX GRANULAIRES AGITES

5.1. INTRODUCTION	99
5.2. APPROCHE DU SECHAGE PAR CONTACT DE MILIEUX GRANULAIRES	100
5.3. TRANSFERT DE CHALEUR ENTRE UNE PAROI CHAUDE ET UN MILIEU GRANULAIRE SEC AGITE	102
5.4. SECHAGE PAR CONTACT D'UN MILIEU GRANULAIRE AGITE	108
5.5. MODELES DE SECHAGE PAR CONTACT SOUS VIDE	109
5.6. MODELE DE SECHAGE PAR CONTACT EN ATMOSPHERE NORMALE	112
5.6.1. Hypothèses	113
5.6.2. Principe	113
5.6.3. Expressions des densités de flux	115
5.6.3.1. Densités de flux de chaleur	115
5.6.3.2. Densité de flux d'évaporation	116
5.6.3.3. Estimation des coefficients de transfert de chaleur	117
5.6.4. Cas des produits hygroscopiques	118
5.6.5. Mise en oeuvre et utilisation pratique du modèle	119
5.6.6. Limitations du modèle	121
5.7. ETUDE EXPERIMENTALE	122
5.7.1. Matériels et méthodes	122
5.7.1.1. Produit modèle	122
5.7.1.2. Dispositif expérimental	123
5.7.1.3. Exécution des essais et traitement des données	126

5.7.2. Résultats et discussion	128
5.7.2.1. Analyse des cinétiques de séchage expérimentales	130
5.7.2.2. Influence de la température	133
5.7.2.3. Influence de la vitesse de rotation	135
5.8. MODELISATION ET COMPARAISON AVEC LES RESULTATS EXPERIMENTAUX	137
5.9. CONCLUSIONS	141
CHAPITRE 6. : L'OPERATION DE CUISSON-SECHAGE DE LA PULPE DE MANIOC	
6.1. ETUDE EXPERIMENTALE	143
6.1.1. Matériels et méthodes	143
6.1.1.1. Détermination des cinétiques de séchage	143
6.1.1.2. Détermination des cinétiques de gélatinisation	143
6.1.1.3. Détermination du taux de gélatinisation final	144
6.1.2. Etude du séchage	145
6.1.2.1. Comportement du produit au cours du mélange	146
6.1.2.2. Analyse des cinétiques de séchage	148
6.1.2.3. Influence de l'humidité initiale	151
6.1.2.4. Influence de la température	153
6.1.2.5. Influence de la vitesse de rotation	156
6.1.2.6. Conclusions	159
6.1.3. Etude de la gélatinisation	159
6.1.3.1. Cinétiques de gélatinisation	159
6.1.3.2. Etude du taux final de gélatinisation	161
6.1.3.3. Conclusions	165
6.2. MODELISATION ET COMPARAISON AVEC LES RESULTATS EXPERIMENTAUX	166
6.2.1. Hypothèses et Principe de la modélisation	166
6.2.2. Résultats et discussion	167
6.2.3. Conclusions	174
CONCLUSIONS	175
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	178
ANNEXES	184

NOTATIONS

Symboles

A	aire de la plaque, m^2
a	diffusivité thermique, $m^2 s^{-1}$
A ₁ , A ₂ , A ₃	coefficients de régression du modèle G.A.B. équ.(3-3)
a _w	activité de l'eau
b	effusivité thermique, $J m^{-2} K^{-1} s^{-1/2}$
B ₁ , B ₂	constantes de la relation de BLACKWELL, équ.(4-23)
B ₃ , B ₄	constantes de la corrélation de MOLLEKOPF, équ.(5-13)
C, C'	constantes de GUGGENHEIM, équ.(3-3)
C ₁ , C ₂	capacité calorifique, $J K^{-1}$
C ₁	constante du modèle de LANGMUIR, équ.(3-2)
C _p	chaleur massique, $J kg^{-1} K^{-1}$
D	diamètre de la plaque, m
d	diamètre de la particule, m
d _p	diamètre moyen des particules, m
E	pourcentage d'amidon hydrolysé dans un échantillon partiellement gélatinisé, %
E.Q.M.	erreur quadratique moyenne, %
E _A	énergie d'activation, $J mol^{-1}$
f	fréquence de rotation de l'agitateur, s^{-1}
f _g	taux de gélatinisation de l'amidon, %
G	pourcentage d'amidon hydrolysé dans un témoin totalement gélatinisé, %
g	accélération de la pesanteur, $m s^{-2}$
H	enthalpie, J
H.R.	humidité relative, %
h _b	coefficient de transfert de chaleur par conduction dans la couche, $W m^{-2} K^{-1}$
h _{co}	coefficient de transfert de chaleur par convection, $W m^{-2} K^{-1}$
h _{mc}	coefficient de transfert de masse à l'intérieur de la couche, $kg m^{-2} s^{-1}$
h _{mp}	coefficient de transfert de masse à l'intérieur de la particule, $kg m^{-2} s^{-1}$
h _p	coefficient de transfert de chaleur par conduction dans la particule, $W m^{-2} K^{-1}$
h _{pc}	coefficient de transfert de chaleur par contact entre la plaque et la couche, $W m^{-2} K^{-1}$
h _{pp}	coefficient de transfert de chaleur par contact entre la plaque et la particule, $W m^{-2} K^{-1}$
h _{rad} , h _{ra}	coefficients de transferts de chaleur par rayonnement, $W m^{-2} K^{-1}$

J	densité de flux de chaleur, $W\ m^{-2}$
k	constante de réaction, s^{-1}
k'	coefficient correcteur du défaut de planéité de la surface de la couche, équ. (5-32)
K, K'	constantes du modèle G.A.B., équ.(3-3)
K ₁	constante du calorimètre, W/V
K ₂	vitesse de chauffe, $^{\circ}C\ mn^{-1}$
L	épaisseur de la couche de produit, m
l	libre parcours moyen modifié d'une molécule de gaz, m
M	masse, kg
\overline{m}	densité de flux massique ou vitesse de séchage, $kg\ m^{-2}\ h^{-1}$
m	masse, kg
N	pourcentage d'amidon hydrolysé dans un témoin natif, %
n	nombre de moles, mol
N _{mix}	nombre de mélange
P	pression, Pa
p	pente des droites isostères $Ln(a_w) = f(1/T)$
Q	puissance linéaire de chauffe, $W\ m^{-1}$
Q ₁	quantité de chaleur, J
R	constante des gaz parfaits, $J\ mol^{-1}\ kg^{-1}$
r	coefficient de corrélation linéaire
T	température, K
t	temps, s
t _c	temps de contact, s
u	volume massique, $m^3\ kg^{-1}$
V	volume, m^3
w	fraction volumique de couches disposées perpendiculairement au flux de chaleur dans le modèle de KRISCHER, équ. (4-20)
X	teneur en eau, $kg\ eau\ (kg\ de\ m.s.)^{-1}$
x	fraction massique, $kg\ kg^{-1}$
x _e	teneur en eau, $kg\ eau\ (kg\ de\ m.h.)^{-1}$
y	coordonnée spatiale
Z	vitesse de rotation de l'agitateur, $t\ mn^{-1}$
z	coordonnée spatiale

Lettres grecques

α	ordre de réaction
δ	rugosité, m
δ_c	épaisseur de la couche stationnaire de particules sèches au contact de la plaque, m
ϵ	porosité
ϵ'	émissivité
Φ	propriété caractéristique du système amidon+eau

ϕ	flux de chaleur, W
φ	taux de recouvrement de la plaque
λ	conductivité thermique, W m ⁻¹ K ⁻¹
ν	coefficient d'accommodation
ρ	masse volumique, kg m ⁻³
σ	constante de STEFAN-BOLTZMANN, W m ⁻² K ⁻⁴
σ'	écart type
τ	constante de temps, s
ζ	variable
Δ	signal calorimétrique, V

Indices

0	initial
A,a	air
app	apparent
B,b	couche
C	consommé
c	couche stationnaire de particules sèches
cal	calculé
cre	creuset
d	départ
dep	déperdition
des	désorption
dif	diffusion
e	eau
ech	échantillon
eff	effectif
ent	entrant
eq	équivalent
equ	équilibre
ex	expérimental
f	fin
fu	fusion
g	global
gel	gélatinisation
H	première couche de particules
h	humide
hyg	hygroscopique
I	interne
i	relatif à la fraction ou la période i
k	critique
l	latence

lat	latent
liq	liquide
m	monomoléculaire
ma	manioc
mac	macroporeux
mic	microporeux
moy	moyen
P	plaque
p	particule
pic	pic
pond	pondéré
R	résiduel
ref	référence
S	surface
s	sèche, solide
sat	saturation
sen	sensible
sor	sortant
T	total
t	instantané
v,V	vapeur

Nombres adimensionnels

Fr	nombre de Froude
Nu	nombre de Nusselt

RESUME

Les résultats présentés dans ce mémoire sont une contribution à l'étude des phénomènes physico-chimiques rencontrés au cours de l'opération de cuisson-séchage de la pulpe de manioc, qui est une opération unitaire intervenant comme étape finale dans la préparation du gari.

Après une brève présentation du manioc en tant que matière première, puis du gari et de son procédé de fabrication, nous avons exposé les problèmes liés à la mise en oeuvre de cette opération de cuisson-séchage. Il apparaît clairement que deux phénomènes physiques agissent simultanément au cours du processus, à savoir la gélatinisation partielle de l'amidon de manioc et le séchage par contact de la pulpe en lit agité (Chapitre 1).

Le chapitre 2 a été consacré à l'étude expérimentale de la gélatinisation de la pulpe de manioc. L'utilisation de l'Analyse Enthalpique Différentielle (A.E.D.) nous a permis de déterminer les courbes d'évolution du taux de gélatinisation à différentes humidités du produit et pour des températures allant de 60 à 130 °C, ainsi que l'enthalpie de transition associée à ce phénomène endothermique (en moyenne 15,8 kJ/kg m.s.). Une étude cinétique sommaire a montré que la gélatinisation s'effectuait de manière très rapide dès lors que les conditions hydrothermiques requises sont atteintes. Un ordre de réaction empirique ainsi que l'énergie d'activation apparente ont été calculés en fonction de la teneur en eau dans l'hypothèse de l'applicabilité de la loi d'ARRHENIUS.

L'analyse du séchage par contact nécessitant au préalable la connaissance des principales propriétés intrinsèques et thermodynamiques du produit, nous avons établi expérimentalement les isothermes de désorption de la pulpe de manioc entre 40 et 90 °C. Les courbes obtenues ont été corrélées à l'aide du modèle G.A.B., dont la bonne adéquation est prouvée par la faible Erreur Quadratique Moyenne calculée entre valeurs expérimentales et théoriques (E.Q.M. inférieure à 5 %). En comparant les résultats obtenus aux courbes de désorption de plusieurs produits gélatinisés dérivés du manioc, il a été mis en évidence que la gélatinisation a une faible influence sur le phénomène de sorption. Enfin le calcul de l'enthalpie de désorption a été mené à l'aide des courbes isostères $\ln(a_w) = f(1/T)$, montrant que celle-ci pouvait raisonnablement être négligée devant la chaleur latente de vaporisation de l'eau pure dans le bilan énergétique du séchage (Chapitre 3).

Au chapitre 4 sont rassemblées certaines propriétés intrinsèques de la pulpe de manioc, à savoir :

- *les propriétés physiques* : diamètre des particules, masse volumique et porosité du grains et de la couche de particules,
- *les propriétés thermophysiques* : chaleur massique en fonction de la température et conductivité thermique effective d'une couche de pulpe de manioc pour des humidités proches de 0 et de 52 % (b.h.).

Les valeurs expérimentales de la conductivité thermique ont été comparées à celles fournies par différents modèles théoriques. Les meilleurs résultats sont donnés par une extension du modèle de ZEHNER et BAUER qui prend en compte le cycle d'évapo-condensation lié au gradient de température. Celui-ci a donc été retenu pour la prédiction de la conductivité thermique effective de la couche de pulpe de manioc dans le cadre de la modélisation du séchage par contact.

Les principales notions fondamentales sur le séchage par contact de milieux granulaires agités, fondées sur la théorie de la pénétration de la chaleur, sont exposées dans le chapitre 5. Un modèle mathématique proposé par TSOTSAS et SCHLÜNDER pour le séchage en atmosphère normale y est développé et est étendu au séchage par contact de milieux contenant de l'eau liée. Une vérification de sa validité a été réalisée à l'aide d'essais de séchage d'un produit fortement hygroscopique (billes d'alumine activée). A cet effet, un pilote expérimental a été conçu et mis au point permettant de mesurer à la fois les cinétiques de séchage et la température moyenne de la couche de produit. Les essais effectués pour différentes température de la plaque (70 à 130 °C) et pour des vitesses d'agitation variant entre 0 et 42 t/mn indiquent une forte influence de la température de plaque tandis que l'effet de la vitesse d'agitation semble au contraire non significatif tant que celle-ci reste non nulle. L'allure des courbes cinétiques de séchage et d'évolution de la température de la couche peut être interprétée aisément dans le cadre de la théorie de pénétration de la chaleur; par ailleurs, le modèle mathématique donne des résultats très proches de ceux observés expérimentalement.

L'opération de cuisson-séchage a été analysée expérimentalement sur le plan du séchage et de la gélatinisation de l'amidon (Chapitre 6). Les essais réalisés montrent de manière générale que la teneur initiale en eau, la température de la plaque et la vitesse d'agitation ont une influence notable sur la vitesse de séchage et la température de la couche, tandis que le taux de gélatinisation final du produit semble lui essentiellement affecté par la température de la plaque. Au cours de l'opération le produit subit des modifications drastiques de ses propriétés rhéologiques et physiques, puisqu'il passe d'un état quasiment pâteux à un état strictement granulaire, la transition s'effectuant pour une humidité proche de 0,6 kg/kg (b.s.). Ce changement de comportement du produit affecte fortement les conditions de mélange et par conséquent, la vitesse de séchage et la température de la couche. Les courbes de cinétique de séchage et d'évolution de la température de la couche ont été prédites à l'aide du modèle présenté au chapitre 5, en

introduisant une résistance thermique supplémentaire; celle-ci prend en compte la conduction dans la couche stationnaire de particules sèches, qui se forme au contact de la plaque au cours de l'opération. Les prédictions de ce modèle à deux paramètres concordent de manière satisfaisante avec les résultats expérimentaux dans le domaine de teneur en eau où le produit est strictement granulaire et s'écoule librement.

ABSTRACT

The work presented here is a contribution to the study of the physico-chemical phenomena encountered in the cooking-drying operation of cassava mash, which is the last stage of gari processing.

After presenting briefly cassava root as raw material and then gari and its process, we describe shortly these phenomena, that appear to be cassava starch gelatinization and contact drying of the mash in agitated bed (Chapter 1).

Chapter 2 is devoted to an experimental study of cassava mash gelatinization using Differential Scanning Calorimetry (D.S.C.). This method allowed us to determine the evolution curves of the degree of gelatinization of cassava starch at different humidities and for temperature ranging from 60 to 130 °C, as well as the transition enthalpy of this endothermic reaction, which is about 15,8 kJ/kg (d.m.). A kinetic study pointed out that cassava starch gelatinization happens very quickly provided that the required hydrothermal conditions are met. The apparent activation energy as well as an empirical reaction order were calculated under the assumption that the phenomenon is governed by an ARRHENIUS type law.

As the analysis of the contact drying requires the knowledge of the main intrinsic and thermodynamical properties, we determined experimentally the desorption data of cassava the mash in a temperature range from 40 to 90 °C. The desorption isotherms were correlated using the well-known G.A.B. model, which is well adapted to describe these curves. The comparison of the desorption data gained to those obtained with gelatinized products from cassava showed that gelatinization has only a slight influence on the desorption phenomenon. Finally, the desorption enthalpy was calculated using the isosteric curves ($\ln(a_w) = f(1/T)$ plots) and it was stated that the desorption heat can reasonably be neglected in the drying energetic balance.

In chapter 4 are gathered some intrinsic properties of cassava mash; they are :

- *physical properties* : particle diameter, density, particle and bed porosity,
- *thermophysical properties* : specific heat as a function of temperature and effective thermal conductivity of cassava mash at two different humidities (0 and 52 % (w.b.)).

The experimental values of the thermal conductivity were compared to those predicted by various theoretical models. The best results were given by ZEHNER and BAUER's

model improved by TSOTSAS and SCHLÜNDER in order to take into account vapor diffusion due to temperature gradient ("heat pipe effect"). This new model was therefore adopted to predict the effective thermal conductivity of the cassava mash in modelling the contact drying phenomenon.

The fundamentals of the contact drying in agitated granular beds, based on heat penetration theory, are presented in chapter 5. A mathematical model for the contact drying in the presence of inert gas first proposed by TSOTSAS and SCHLÜNDER was adapted to describe the drying of hygroscopic products. The validity of this model was checked by comparing with the experimental results obtained through drying experiments of an highly hygroscopic product (activated alumina particles). To this purpose, an experimental pilot was designed to measure both the drying rates and the mean temperature of the bed. The drying runs were carried out at different plate temperature (from 70 to 130 °C) and for agitation speeds varying from 0 to 42 r.p.m. They revealed that the plate temperature has a strong influence on the drying rate, while on the contrary the effect of rotation speed is not significant. The evolution of the drying kinetics and the bed temperature curves can easily be interpreted within the scope of heat penetration theory; moreover, the mathematical model provides results very close to those obtained experimentally.

The contact drying and the starch gelatinization phenomena involved in the cooking-drying operation of cassava mash were analyzed experimentally. The drying runs showed in general a significant influence of the main parameters (initial moisture content, plate temperature, rotation speed of the agitator) on the drying rate, while the final degree of gelatinization seems to be only affected by the plate temperature. During the operation the mash undergoes drastic modifications of its physical and rheological properties, as it passes from a paste-like product to a free-flowing granular one, the major changes occurring at a moisture content close to 0,6 kg/kg (d.b.). This modification of behaviour has a strong effect on the mixing conditions and consequently on the drying rate and the bed temperature. Drying rate curves as well as bed temperature evolution curves were predicted using the mathematical model depicted in chapter 5, which was adapted by introducing a supplementary heat transfer resistance; this resistance takes into account the conduction phenomenon in the stationary layer of dry particles, located on the surface of the plate during the drying process. The predictions of this two parameters model are in good agreement with the experimental results in the moisture range where the product is free-flowing granular one.

INTRODUCTION

Dans les Pays en Développement (PED), la petite industrie agro-alimentaire est un secteur clé puisqu'elle fournit l'essentiel de la ration alimentaire des populations grâce à la transformation des cultures vivrières, mais constitue également une importante source de devises par le biais de l'exploitation des cultures de rentes telles que le café ou le cacao.

L'activité de transformation artisanale qui s'est développée autour des cultures vivrières possède deux caractéristiques primordiales :

- elle est essentiellement traditionnelle, c'est à dire qu'elle met en oeuvre des procédés endogènes élaborés au niveau familial ou villageois,
- elle a pour vocation l'auto-subsistance de la cellule familiale ; la production agricole est donc traitée sur place et le produit fini est consommé par le producteur et son entourage immédiat.

La dernière décennie a vu le problème de l'autosuffisance alimentaire des PED africains se poser avec une plus grande acuité. En effet, la forte démographie et l'exode rural galopant, qui touchent maintenant la quasi totalité du continent, ont pour conséquence immédiate une surpopulation dramatique des grands centres urbains tels que Lagos ou Kinshasa, tandis que les campagnes se désertifient avec la disparition des bras autrefois disponibles pour l'agriculture. Ces deux phénomènes conjugués conduisent à une précarité toujours accrue de la situation alimentaire des populations urbaines, qui deviennent dépendantes des circuits de commercialisation (souvent mal organisés) et sont durement touchées par les pénuries dues à des mauvaises saisons.

Dans ce contexte économique difficile, le développement d'une petite industrie agro-alimentaire peut apporter une solution durable aux problèmes d'alimentation. En effet, la mécanisation des procédés traditionnels permet d'accroître la production avec une main d'oeuvre limitée, mais est également créatrice d'emplois ce qui contribue à stabiliser les populations en zones rurales. Elle possède également l'avantage de s'intégrer facilement dans le tissu socio-culturel puisqu'elle ne remet pas en cause les procédés de fabrication traditionnels et garantit l'acceptabilité du produit fini par les consommateurs. Enfin, la régularité de la qualité et la stabilité des produits transformés peuvent être grandement améliorées, assurant une bonne commercialisation des produits finis et limitant les pertes de matières premières.

C'est dans ce cadre très large de développement, qu'un programme de recherche a été entrepris en 1984 à l'initiative d'une P.M.E., la Sarl GAUTHIER, et d'un centre de recherche, le Centre d'Etude et d'Expérimentation en Mécanisation Agricole et en Technologie alimentaire (C.E.E.M.A.T.), en collaboration étroite avec l'Institut National des Plantes et Tubercules (I.N.P.T.) de Lomé au Togo. Ce projet vise à mécaniser un procédé traditionnel de transformation du manioc en une semoule, connue sous le nom de gari, extrêmement répandue au Togo et de manière générale en Afrique de l'Ouest.

Ce programme tripartite repose sur la mise au point d'équipements semi-industriels adaptés aux conditions locales et reproduisant les différentes étapes du procédé traditionnel. Fin 1986, la majeure partie des appareils était déjà réalisée et une unité pilote de transformation avait été installée à Davié au Togo, gérée conjointement par les différents partenaires.

Ces équipements ont très rapidement donné satisfaction, exception faite de l'appareil assurant la dernière étape du procédé, l'opération de cuisson séchage de la pulpe de manioc.

Des études préliminaires ont montré que cette "opération unitaire" comprenait un ensemble de phénomènes qu'il était essentiel d'étudier de manière approfondie afin de réaliser des appareils industriels fiables. Le travail de recherche a donc été focalisé sur cette étape du procédé, et les résultats présentés ici sont le fruit de 3 ans d'activités menées dans le cadre d'une bourse CIFRE, au Togo pour les trois premiers mois, puis en France au laboratoire du CEEMAT en collaboration avec le Laboratoire d'Automatique et de Génie des Procédés (L.A.G.E.P.) de l'Université Lyon I.

La complexité des phénomènes physico-chimiques mis en jeu nous a imposé un certain nombre de simplifications. D'autre part la dualité qui peut apparaître entre la grande simplicité de réalisation de cette opération au niveau artisanal et la difficulté d'analyse des phénomènes rencontrés, met simplement en évidence la difficulté d'appréhender et de modéliser une opération mettant en jeu un produit alimentaire traditionnel.

Après une présentation sommaire du manioc et du gari, respectivement matière première et produit final, et la définition de la problématique de l'opération de cuisson-séchage, nous nous proposons d'étudier successivement les propriétés thermodynamiques et intrinsèques de la pulpe de manioc, avant d'aborder sur le plan fondamental et expérimental le séchage par contact de milieux granulaires agités. Au dernier chapitre nous présenterons les résultats expérimentaux de cinétique de séchage de la pulpe de manioc ainsi qu'un modèle théorique d'interprétation et de simulation de ces données.

CHAPITRE 1

DU MANIOC AU GARI

1. DU MANIOC AU GARI

1.1. LE MANIOC

1.1.1. Généralités

Connu botaniquement sous le nom de *Manihot esculenta* Crantz, le manioc appartient à la famille des euphorbiacées. Il est appelé communément manioc dans les pays francophones, cassava dans les pays anglophones européens et africains, tapioca en Asie et yuca ou mandioca en Amérique Latine. Historiquement, il trouve son origine en Amérique Centrale (Mexique), et n'a été introduit en Afrique de l'Ouest qu'au 16^{ème} siècle, puis en Asie au cours des 18 et 19^{ème} siècle. Sa culture a connu dès lors un développement considérable, puisque le manioc est présent dans toutes les régions tropicales et intertropicales du globe terrestre, occupant une surface cultivée de 14 millions d'hectares environ (FAO, 1986). La production mondiale a atteint 137 millions de tonnes en 1986 (6^{ème} rang mondial pour les productions agricoles), à laquelle le continent africain contribue à plus de 40 % (60 millions de tonnes).

La diffusion rapide de cette plante vivrière est essentiellement liée à son excellente adaptation aux conditions écologiques difficiles (climats arides et semi-arides), et à ses faibles exigences en matière culturale. En effet, le manioc peut être cultivé sur des sols pauvres (sablo-argileux) et exception faite de sa période de plantation, il peut supporter de longues périodes de sécheresse. En outre, la récolte des racines peut être étalée sur des périodes allant de 9 à 24 mois, ce qui en fait un aliment de réserve, utilisé au fur et à mesure des besoins de l'exploitant.

Toutes ces caractéristiques en font un aliment de première importance dans les pays en développement et l'on estime actuellement que le manioc constitue la nourriture de base d'environ 300 millions de personnes dans le monde.

Néanmoins, s'il présente des atouts majeurs au niveau de sa production, le manioc possède également un certain nombre de contraintes pour sa consommation.

Ainsi, si l'on considère généralement que le sol est le meilleur grenier à manioc, une conservation en terre sur des durées excédant 18 mois environ conduit à des pertes de matière sèche importantes du fait de la lignification des racines.

Ensuite et surtout, le manioc ne se conserve pas au delà de 2 à 3 jours après récolte, car la détérioration physiologique des racines débute dès sa sortie de terre. Enfin, quelle que soit la variété botanique, le manioc contient des composés cyanés sous forme de glycosides cyanogénétiques qui libèrent de l'acide cyanhydrique, extrêmement toxique pour le consommateur.

Suivant la teneur en composés cyanés, on distingue généralement deux variétés de manioc appelées respectivement "douces" et "amères", ces dernières pouvant contenir de 50 à 80 ppm de cyanures.

Ces particularités physiologiques et bio-chimiques du manioc auraient pu être un obstacle insurmontable au développement de cette culture. Au contraire, très tôt, les populations consommatrices de manioc ont su élaborer des procédés de transformation permettant d'une part, d'obtenir des produits transformés stables se conservant sur des durées parfois supérieures à 1 an et d'autre part, de réduire la toxicité originelle de l'aliment jusqu'à un niveau d'inocuité pour le consommateur.

1.1.2. Caractéristiques physiologiques du manioc

Le manioc est une plante semi-arbustive pluri-annuelle composée d'une partie aérienne de 2 à 4 m de hauteur et d'une partie souterraine s'enfonçant jusqu'à 1 m sous le sol. La partie souterraine comprend des racines nourricières implantées profondément dans la terre (0,5 à 1 m) et des racines tubérisées comestibles, pouvant atteindre 20 à 50 cm de longueur et 5 à 15 cm de diamètre avec un poids variant entre 200 g et 3 kg.

Les racines tubérisées, appelées parfois simplement tubercules, sont constituées des principaux éléments suivants (voir figure < 1.1 >) :

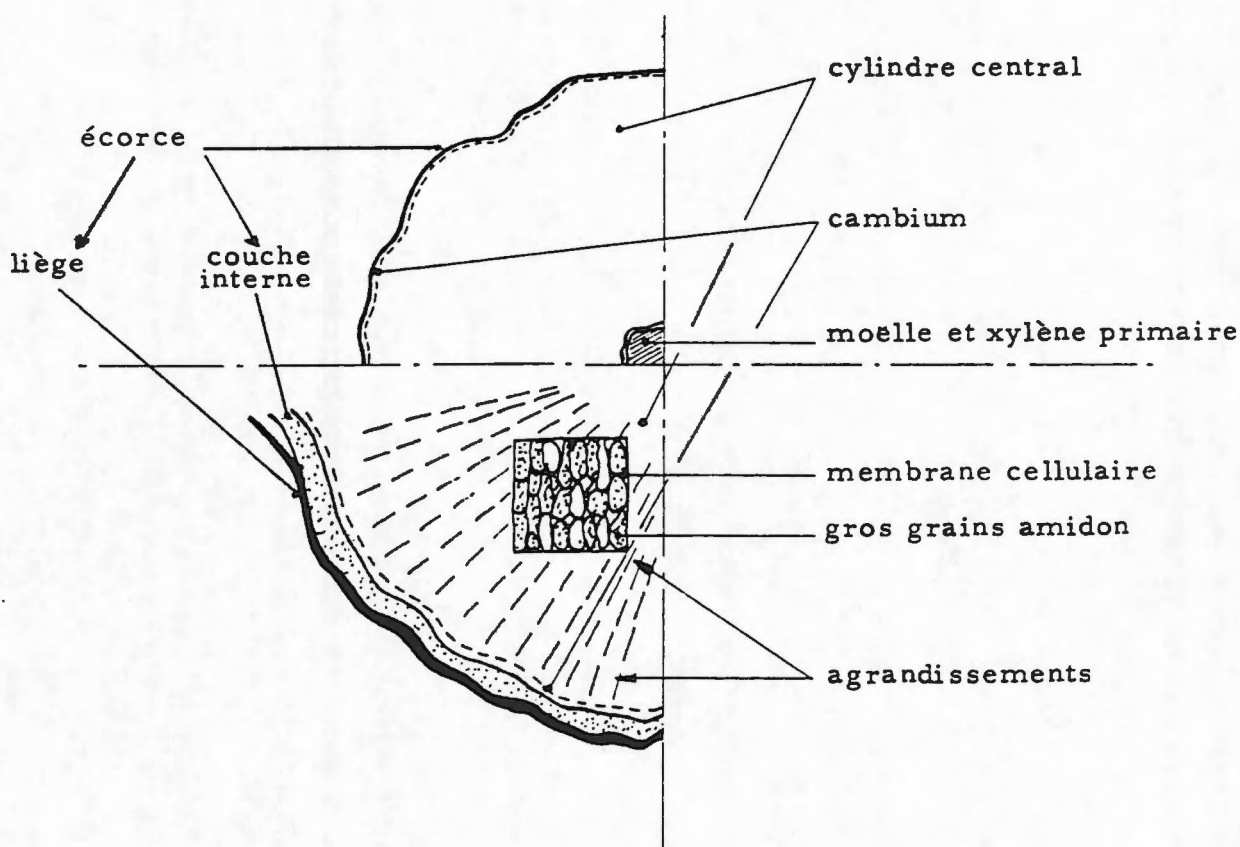


Figure < 1.1 > : Coupe schématique transversale d'une racine de manioc
d'après l'étude S.T.E.C., Le manioc, sa culture et sa transformation présentée à l'Agence
de Coopération Culturelle et Technique, Paris (1982)

l'écorce, composée de deux parties

- une partie externe (2 % du poids de la racine) comprenant des cellules subéreuses (liège) se détachant facilement,
- une partie interne (8 à 15 % du poids de la racine) comprenant le phelloderme et le phloème qui sépare l'écorce du cylindre central de la racine. La structure est fibreuse et contient quelques grains d'amidon.

le cambium

- qui est le tissu générateur de la racine.

le cylindre central

- composé de membranes cellulaires, de vaisseaux du xylème et de grains d'amidon.

la moelle et le xylème primaire

- constitués de fibres qui contiennent la majeure partie des glucides indigestibles.

1.1.3. Caractéristiques biochimiques

1.1.3.1. Composition biochimique

La composition biochimique des racines de manioc varie considérablement d'une variété à l'autre et en fonction également des dates de récolte.

La composition moyenne de l'écorce et de la racine épluchée est donnée dans le tableau [1.1].

Tableau [1.1] : Composition moyenne des racines de manioc en %
(d'après GRIFFON, 1985).

Composants	Ecorce	Racine épluchée
Eau	70,0	60,0
Glucides totaux	26,2	38,0
(dont indigestibles)	2,5	1,0
Protides	2,5	1,0
Lipides	0,3	0,2
Cendre	1,0	0,8

On observe qu'en plus d'une forte quantité d'eau, les racines de manioc, extrêmement pauvres en lipides et protides, contiennent principalement des glucides (95 % de la matière sèche), qui en font un aliment fortement calorique. Les glucides sont essentiellement représentés par de l'amidon (86 % de la matière sèche) et par des sucres solubles (environ 4 % de la matière sèche).

1.1.3.2. L'amidon de manioc

L'amidon est le principal constituant de nombreuses céréales, tubercules ou légumineuses. Pour le manioc, il se présente sous forme de grains sphériques ou hémisphériques, dont le diamètre varie entre 5 et 35 μm (DUPRAT et al., 1980).

Il est principalement composé de deux polyholosides, appelés amylopectine et amylose.

L'amylopectine est un polymère d'anhydroglucopyrannose composé de chaînes linéaires reliées entre elles par des liaisons α (1-6). Ces chaînes linéaires sont formées de résidus de glucose reliés entre eux par des liaisons α (1-4). Le degré de polymérisation (DP) de cette macromolécule est très variable, puisqu'il peut aller de 100 000 à 10^9 résidus de glucose suivant l'origine botanique et les méthodes expérimentales de mesure. L'architecture de ce polymère, telle qu'elle a été proposée par ROBIN (1976) comprend une succession de couches denses (grand nombre de ramifications), fortement cristallines et de couches moins organisées, riches en points de branchement α (1-6) (figure < 1.2 >).

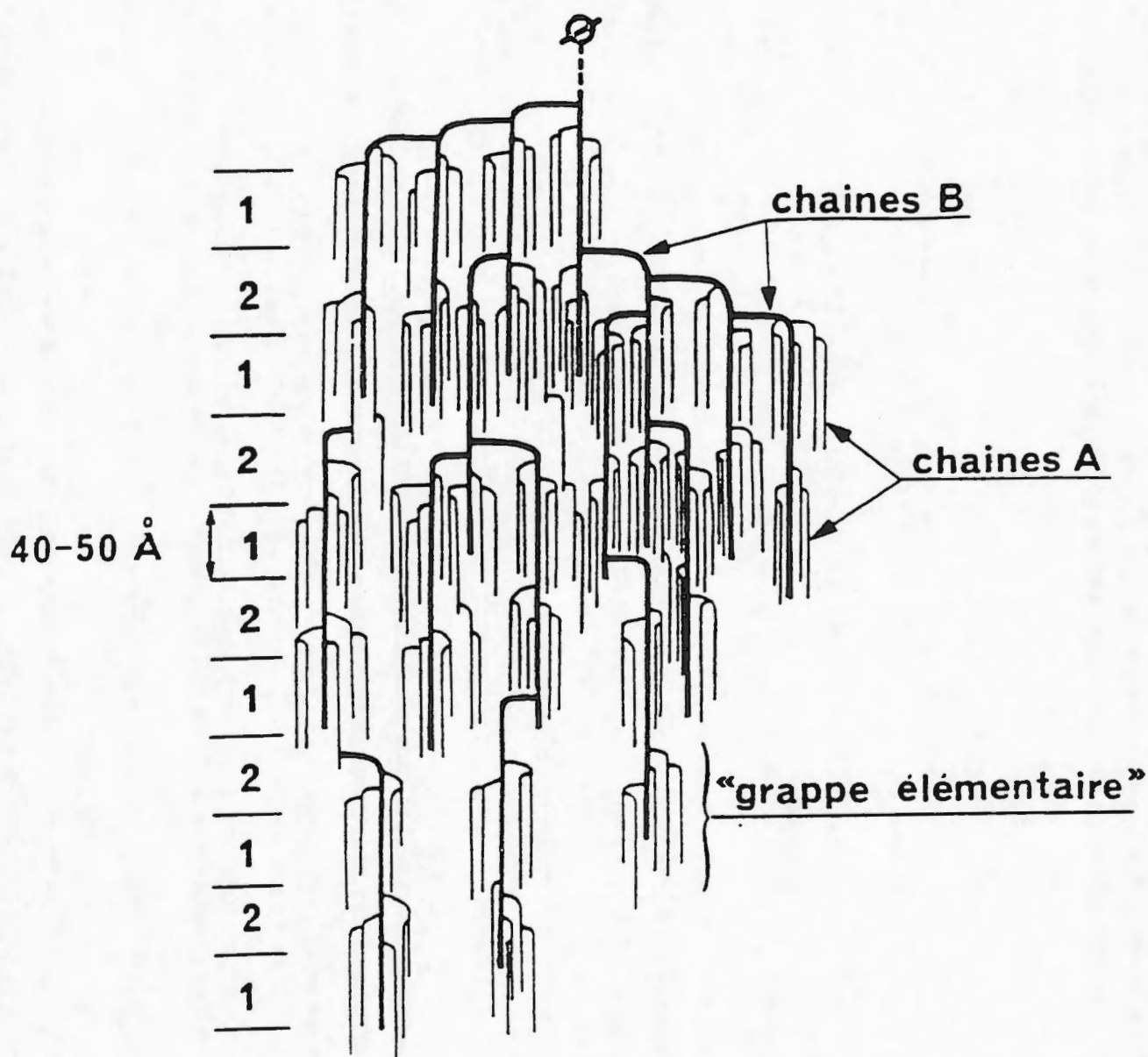
L'amylose est une chaîne essentiellement linéaire composée des mêmes résidus d'anhydroglucopyrannose, reliés entre eux par des liaisons α (1-4). Typiquement, l'amylose ne représente que 8 à 16 % du grain d'amidon pour le manioc (GALLANT et al., 1982).

Le grain d'amidon possède une structure semi-cristalline, révélée sous lumière polarisée par l'existence d'une croix de biréfringence. L'association des chaînes d'amylopectine et d'amylose par des liaisons hydrogène est responsable de cette organisation partiellement cristalline. Les cristallites représentent classiquement moins de 30 % de la structure totale (MAURICE et al., 1985), les zones restantes étant essentiellement amorphes en raison de l'irrégularité des liaisons intermoléculaires.

La structure cristalline de l'amidon peut être observée par diffraction X. Suivant l'origine botanique de l'amidon, 3 différents type de spectres peuvent apparaître :

- type A : correspondant aux amidons de céréales
- type B : caractéristiques des amidons de tubercules
- type C : typique des amidons de légumineuses et de racines

L'amidon de manioc constitue une exception à cette classification puisqu'il présente un spectre de type A (GALLANT et al., 1982).



Chaînes A : DP 15

Chaînes B : DP 45

Ø : Groupement réducteur

1 - Couches denses, fortement "cristallines"

2 - Couches peu denses, moins organisées, riches en points de ramification α (1-6)

Figure < 1.2 > : Schéma de l'organisation structurale de l'amylopectine
(d'après ROBIN, 1976).

1.2. LE GARI

1.2.1. La transformation du manioc en gari

1.2.1.1. Généralités sur les procédés de transformation du manioc

Comme cela a été souligné précédemment, la nécessité de transformer le manioc résulte principalement de son caractère hautement périssable et de sa toxicité. La diffusion de la culture du manioc à travers le monde a entraîné l'apparition de méthodes de préparations extrêmement diversifiées, répondant aux exigences socio-culturelles des populations concernées. Par ailleurs, l'utilisation du manioc, dépasse de loin le simple cadre de l'alimentation humaine, puisqu'un grand nombre de sous-produits industriels ou destinés à l'alimentation du bétail peuvent être fabriqués à partir de cette racine (voir figure < 1.3 >).

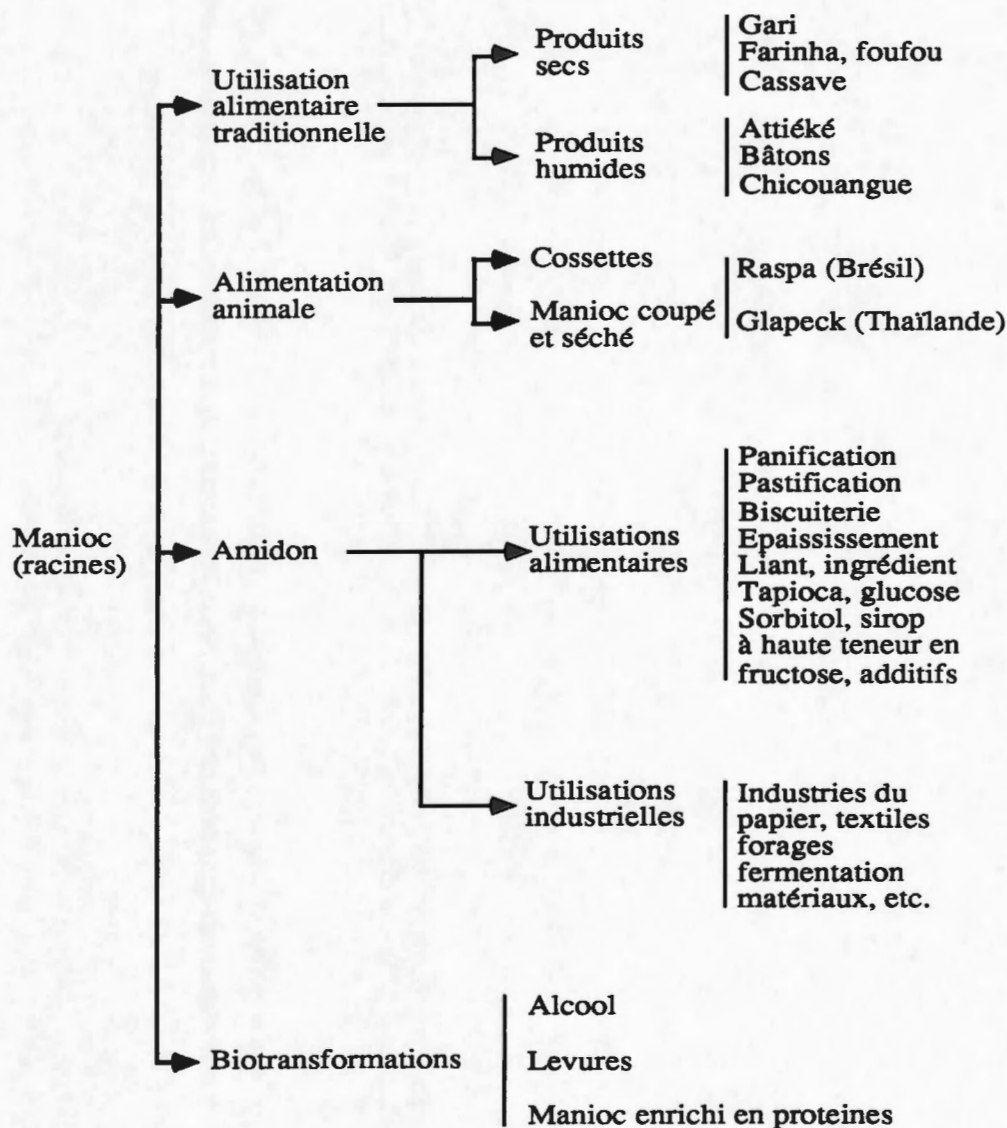


Figure < 1.3 > : Utilisations des racines de manioc (d'après MUCHNIK et al., 1984).

Parmi les traitements conduisant à un produit alimentaire directement consommé par les populations, la préparation du gari occupe une place importante en Afrique de l'Ouest. En effet, ce produit peut être considéré comme l'aliment de base des populations du Nigéria, du Bénin, du Togo et du Ghana. A partir de ces régions productrices, la consommation du gari a connu un essor important vers les pays limitrophes, notamment la Côte d'Ivoire, le Niger et le Cameroun.

A l'instar d'autres procédés traditionnels, la production du gari repose sur une tradition familiale et est ancrée dans les habitudes socio-culturelles des populations consommatrices. Les différentes étapes du traitement présentées plus loin résultent donc d'un savoir-faire traditionnel, transmis oralement de génération en génération.

1.2.1.2. Le procédé traditionnel de préparation du gari

De manière traditionnelle, la préparation du gari est effectuée en suivant le procédé décrit ci-après, et dont le diagramme est présenté à la figure < 1.4 >.

Les racines de manioc fraîchement récoltées sont épierrées puis épluchées à la main, à l'aide d'une machette. Elles sont ensuite lavées, puis réduites en pulpe en les frottant sur une simple plaque métallique perforée, dont les aspérités sont faites au moyen d'un clou. La pulpe est placée dans des sacs de jute sur lesquels sont posés des pierres ou d'autres objets lourds permettant d'égoutter, puis de presser le produit. La pulpe est laissée dans les sacs durant 2 à 6 jours, période au cours de laquelle se produit une fermentation naturelle du manioc. Le gâteau de pressage obtenu est émietté à la main, puis tamisé pour éliminer les fibres ligneuses et les inrâpés. La pulpe ainsi traitée, possède une structure granulaire avec une répartition assez homogène de la taille des grains mais dépendant néanmoins des équipements utilisés. Le produit humide est déposé en couche mince dans une poêle en argile chauffée au feu de bois, et agité régulièrement jusqu'à obtention d'une semoule gélatinisée et déshydratée, appelée gari. Le gari est finalement tamisé pour éliminer les grains les plus grossiers formés au cours de la cuisson, grains qui sont éventuellement rebroyés ou servent à l'alimentation du bétail.

Le procédé semi-industriel mis au point par le CEEMAT et la société GAUTHIER, reprend toutes les étapes intervenant dans la méthode traditionnelle de préparation. Néanmoins, les phases de pressage et de fermentation effectuées en une seule opération au niveau traditionnel, ont été dissociées pour permettre un meilleur contrôle de la fermentation.

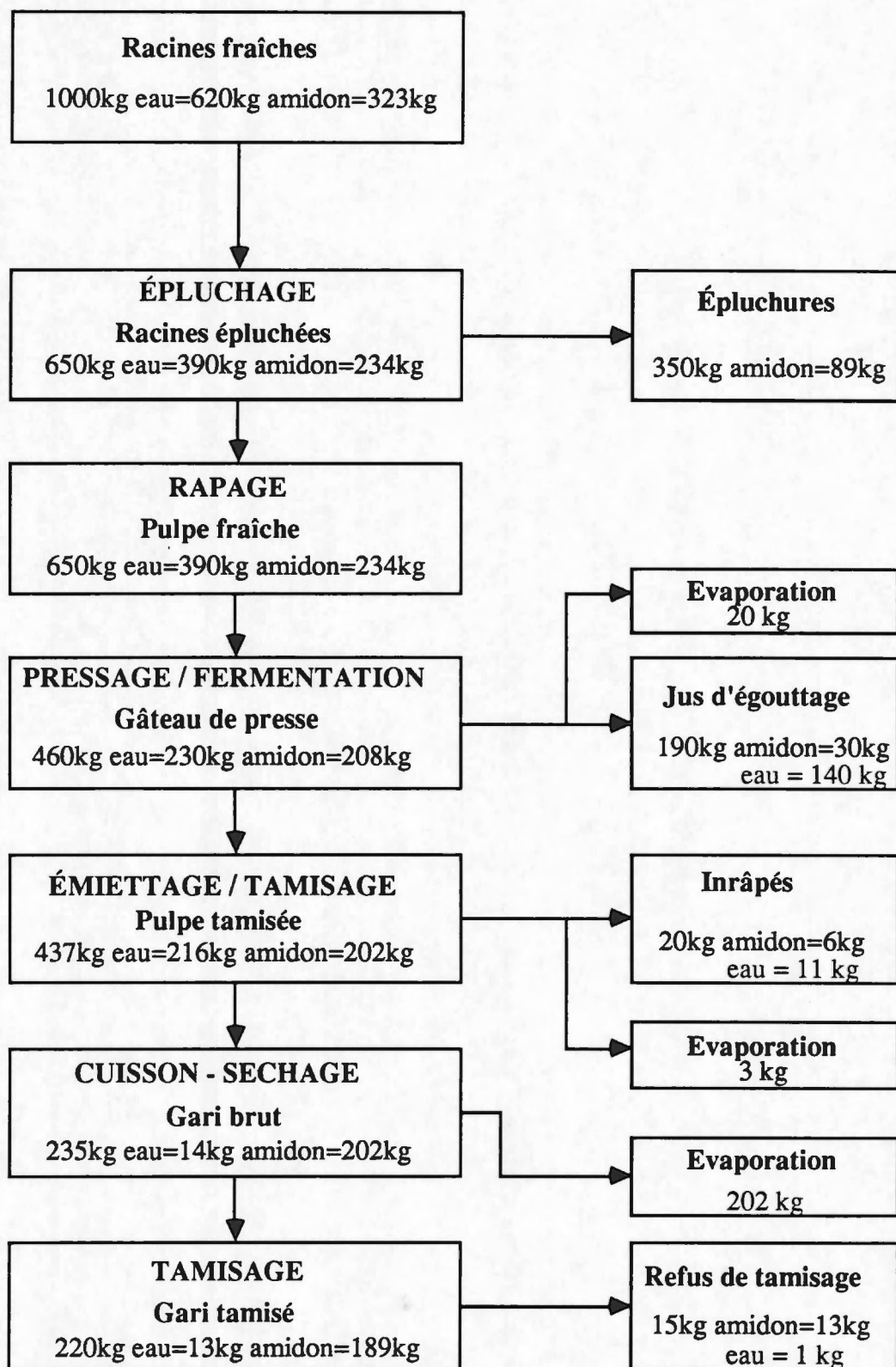


Figure < 1.4 > : Organigramme de la fabrication traditionnelle du gari établi à partir de données relevées à l'unité pilote de Davié (Togo).

1.2.2. Caractérisation du gari

Le gari peut donc être défini comme une pulpe de manioc fermentée, partiellement gélatinisée et déshydratée. Son origine traditionnelle entraîne une grande variabilité de ses caractéristiques organoleptiques.

Néanmoins, dans le cadre du programme manioc CEEMAT / GAUTHIER, un certain nombre de critères objectifs ont été retenus pour caractériser ce produit. Les principaux facteurs de qualité retenus ont été quantifiés par des essais en laboratoire sur 20 échantillons de gari rapportés du Togo, achetés sur différents marchés locaux.

Les résultats essentiels sont présentés dans les paragraphes suivants :

la couleur

La couleur des grains de gari est variable suivant l'état de cuisson. Elle varie dans une gamme allant du blanc-crème à l'ocre en passant par différentes variantes de beige.

le goût et les arômes

Le gari a un goût acidulé et une odeur forte. C'est au cours de la phase de fermentation que se développent les précurseurs responsables de la saveur.

la stabilité

Elle est liée à la teneur en eau de stockage du produit. Dans les conditions climatiques européennes, l'humidité du gari en équilibre avec l'atmosphère ambiante (20°C, 40 à 60 % d'humidité relative) varie entre 7 et 12 % (b.h.). La moyenne des valeurs observées est de 9,8 % (b.h.) \pm 0,9. A ce niveau d'hydratation, la détérioration du produit par des microorganismes est totalement inhibée et la conservation peut être assurée pendant de longues périodes (CHUZEL et ZAKHIA, 1988).

La teneur en eau en fin d'opération de cuisson-séchage mesurée au Togo est d'environ 5 % (b.h.), ce qui indique qu'une reprise d'eau s'effectue au cours du stockage.

la granulométrie

Pour un même échantillon la taille des grains de gari s'échelonne de 200 μ m à 2000 μ m. La répartition granulométrique est très variable entre les différents échantillons étudiés. Néanmoins, des courbes "enveloppe" ainsi qu'une courbe moyenne de répartition granulométrique ont été tirées de ces essais (voir figure < 1.5 >).

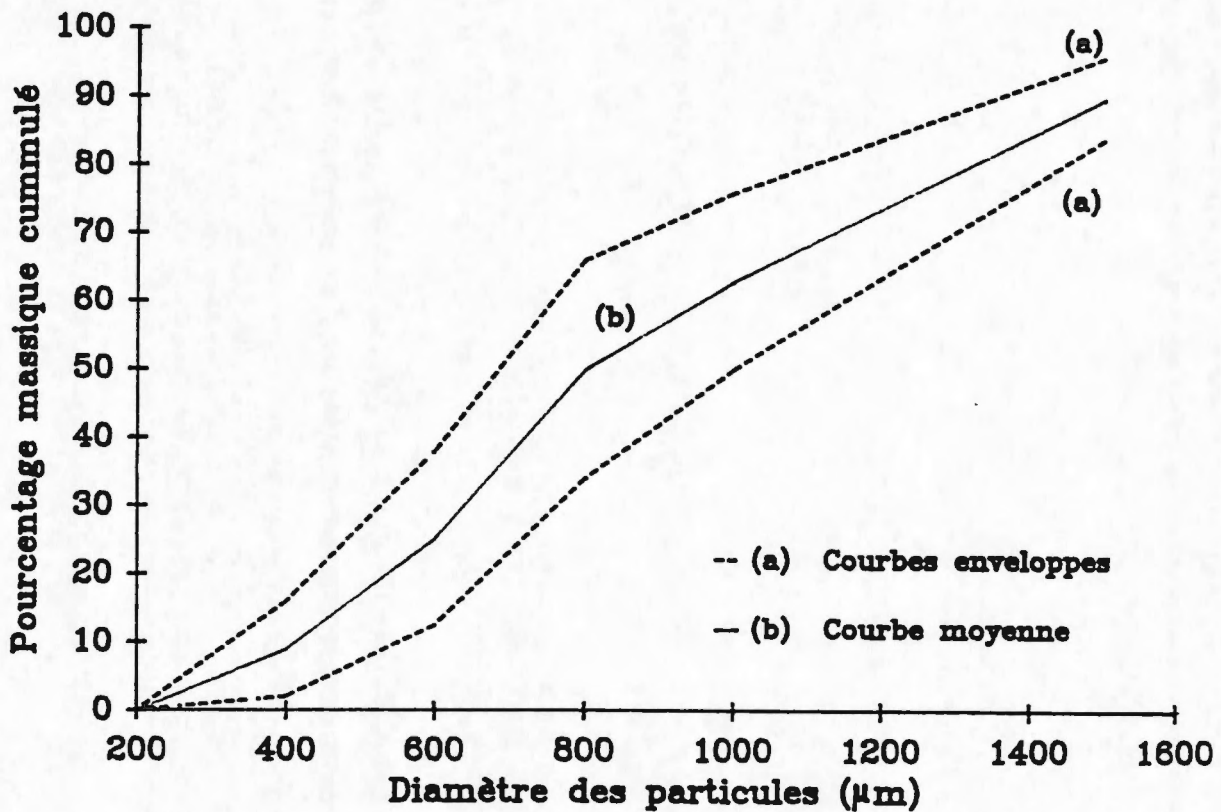


Figure < 1.5 > : Courbes de répartitions granulométriques du gari
(résultats obtenus au laboratoire du C.E.E.M.A.T.).

la digestibilité

La gélatinisation de l'amidon accélère le processus d'attaque enzymatique de l'aliment par le suc pancréatique lors de la digestion (FAVIER, 1969). Un taux de gélatinisation élevé est donc le garant d'une bonne digestibilité du gari.

Là encore, les échantillons analysés par une méthode enzymatique, décrite plus loin, présentent des taux de gélatinisation assez variables. Ce taux se situe dans une gamme de 49 à 83 % avec une valeur moyenne de $65 \% \pm 10$.

On relève en outre, une forte influence de la taille des grains, le taux de gélatinisation diminuant fortement avec le diamètre des granules, comme le suggère à titre d'exemple le tableau [1.2].

Tableau [1.2] : Influence de la granulométrie sur le taux de gélatinisation du gari.
(résultats obtenus au laboratoire du C.E.E.M.A.T.).

Classe granulométrique	% massique	Taux de gélatinisation
> à 1000 μm	13,80	83,5 \pm 0,5
800 - 1000 μm	13,46	82,6 \pm 0,5
600 - 800 μm	23,95	82,4 \pm 0,5
400 - 600 μm	21,64	72,6 \pm 0,4
200 - 400 μm	24,52	65,9 \pm 0,4
< à 200 μm	2,64	52,8 \pm 0,3
Valeur moyenne		76,1 \pm 0,5
Valeur pondérée		75,6 \pm 0,5

le pouvoir de gonflement

La capacité du gari à augmenter de volume lorsqu'il est trempé dans l'eau est appelé pouvoir de gonflement. Celui-ci est défini quantitativement comme le volume d'eau sorbé sur le volume de produit initial à son humidité d'équilibre avec l'ambiance. Un fort pouvoir de gonflement est généralement recherché par le consommateur.

Les mesures effectuées indiquent que le gari présente un pouvoir de gonflement moyen de $2,7 \pm 0,2$, lorsqu'il est saturé d'eau froide à 20 °C environ.

Il évolue également avec la taille des grains puisqu'il passe de 2,5 pour des granules de diamètre proche de 200 μm à 3,6 pour des fractions granulaires de taille supérieures à 1000 μm . Il a par ailleurs été montré qu'une corrélation existait entre le pouvoir de gonflement et le taux de gélatinisation (DIDIER, 1987).

la toxicité

La toxicité est liée à la teneur en cyanures du produit. Elle est en moyenne de 5 à 15 ppm pour les cyanures libres et de 15 à 35 ppm pour les cyanures totaux. Il n'existe pas de norme limitant la teneur en cyanure du gari, néanmoins la dose létale pour l'être humain est de 50 mg de cyanures libres.

1.2.3. L'opération de cuisson-séchage

L'opération de cuisson-séchage est la dernière étape du procédé de fabrication du gari, et dure en moyenne 20 à 30 mn. Au niveau traditionnel, elle est conduite de manière totalement empirique et contrôlée par des moyens sensoriels. Ainsi, le gonflement des grains, la couleur et le goût du produit sont des éléments qui permettent à l'opératrice

d'ajuster la fréquence d'agitation du produit ainsi que l'intensité et la durée du chauffage par le foyer à bois.

A notre connaissance, seul MUCHNIK et VINCK (1984) ont effectué une étude par ailleurs essentiellement qualitative de ce procédé. Grâce à ces premiers éléments complémentés par les essais menés au Togo, une description des phénomènes physico-chimiques a été établie.

Ainsi, on peut distinguer trois phases essentielles dans l'évolution du produit :

Mise en équilibre thermique

Dès sa mise en contact avec la plaque chaude, la température de la pulpe augmente progressivement jusqu'à la température d'équilibre thermique. L'agitation du produit contribue à homogénéiser la température dans les différentes régions de la couche et à éviter un croûtage superficiel du produit.

Gélatinisation de l'amidon

Sous l'effet de la température et grâce à l'humidité interne du produit (proche de 50 % (b.h.)), l'amidon de manioc subit une série de transformations physico-chimiques, désignées globalement sous le nom de gélatinisation.

Ce phénomène débute lorsque la température du produit atteint 60°C environ. Le produit devient alors extrêmement visqueux et collant et présente une forte tendance à s'agglomérer et à adhérer à la plaque (morceaux de crêpe). L'agitation a pour but de briser ces agglomérats afin que les grains gonflent de manière individuelle.

Comme nous l'avons mentionné précédemment, le taux de gélatinisation se stabilise autour d'une valeur moyenne de 65 %. On considère que cette limite résulte de l'abaissement simultané de la teneur en eau au cours du procédé. Ceci suggère qu'un taux de gélatinisation élevé serait obtenu en favorisant le transfert de chaleur dans la couche de pulpe tout en limitant le départ d'eau vers l'atmosphère ambiante.

Séchage par contact de la pulpe

Le flux de chaleur provenant de la plaque provoque un séchage par contact des grains de manioc. L'agitation permet alors d'améliorer le transfert de chaleur dans la couche de produit et facilite le départ de la vapeur d'eau émise. Les mesures de température réalisées in situ, indiquent que la température moyenne de plaque se situe entre 100 et 120°C, alors que la température de la couche passe de 70 - 75°C en début d'opération à 80 - 90°C en fin de séchage.

En toute fin d'opération, on observe un léger grillage du produit du fait de la faible teneur en eau et de la température élevée.

Il ressort de cette brève analyse que les deux phénomènes principaux intervenant au cours de l'opération, la gélatinisation de l'amidon et le séchage par contact, sont étroitement liés et surtout interdépendants. En aucun cas, il ne s'effectuent successivement, même si à un certain seuil de teneur en eau, la gélatinisation est interrompue. L'opération doit donc être abordée en terme de cinétique, pour déterminer dans quelle mesure l'un ou l'autre des phénomènes va être limitant. Il s'agit également de préciser les domaines de teneur en eau et de température à l'intérieur desquels se produisent ces phénomènes, en cherchant à optimiser le temps de séchage et le taux de gélatinisation.

Cet objectif exige au préalable une connaissance précise de chaque phénomène indépendamment. Ainsi, au cours de ce travail de recherche nous avons réalisé une étude du phénomène de gélatinisation de la pulpe de manioc puis une analyse expérimentale et théorique du séchage par contact de milieux granulaires agités. En outre, l'étude d'un phénomène de séchage suppose que soient connues les principales grandeurs physiques, thermophysiques et thermodynamiques du produit à sécher; une détermination expérimentale de ces propriétés a donc également été effectuée au laboratoire.

CHAPITRE 2

LA GELATINISATION DE LA PULPE DE MANIOC

2. LA GELATINISATION DE LA PULPE DE MANIOC

Le terme cuisson de la pulpe de manioc, défini au chapitre précédent recouvre donc une modification structurale de l'amidon lors d'un traitement hydro-thermique. Nous allons dans un premier temps faire une analyse des travaux existants sur ce sujet et plus particulièrement sur la gélatinisation de l'amidon.

2.1. TRAITEMENT HYDROTHERMIQUE DE L'AMIDON

Lorsqu'il est soumis à un traitement hydro-thermique, le grain d'amidon subit une modification de sa structure moléculaire. Celle-ci se déroule en plusieurs étapes schématisées sur la figure < 2.1 > :

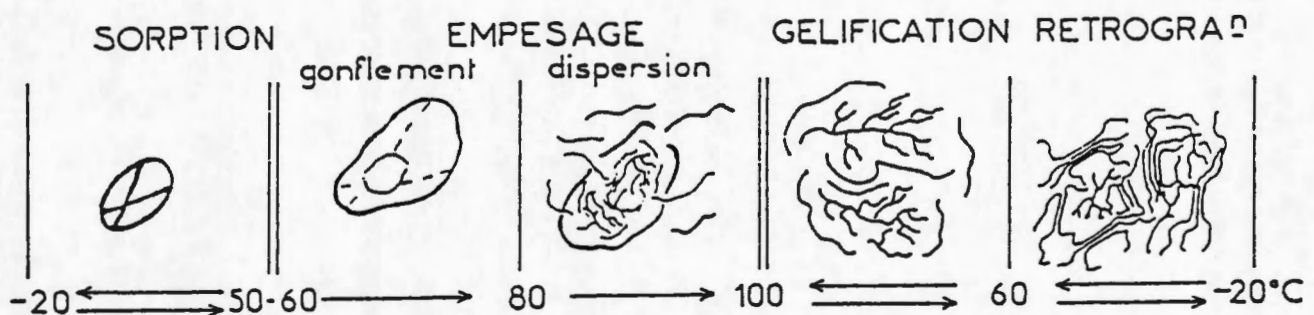


Figure < 2.1 > : Différentes étapes intervenant au cours du traitement hydrothermique de l'amidon (d'après DUPRAT et al., 1980).

l'empesage ou gélatinisation

Cette étape se produit en deux phases successives. Autour de 60°C, on observe d'abord une disparition du spectre de diffraction et de la croix de biréfringence reflétant une perte de la structure cristalline de l'amidon. Par la suite, entre 60 et 80°C, un gonflement des granules se produit associé à une forte augmentation de la viscosité du produit. Au delà de 80°C, les grains éclatent et une solubilisation partielle du contenu granulaire se produit, les molécules d'amylose diffusent préférentiellement hors du grain contribuant à former une suspension colloïdale. L'empesage est total lorsque la solubilisation est achevée, au delà de 100°C.

La gélification

Si l'on abaisse la température de l'empois formé de 100°C à 60°C environ, la dispersion colloïdale d'amylose et d'amylopectine se réorganise formant un réseau tridimensionnel appelé gel.

La rétrogradation

Si l'on poursuit le refroidissement du gel, les liaisons intermoléculaires deviennent plus nombreuses formant une nouvelle structure partiellement cristalline, mais différente de celle de l'amidon natif.

Ces différentes étapes interviennent pour des rapports eau/amidon nettement supérieur à 1. Dans le cas d'une faible teneur en eau, la rétrogradation, la gélification voire même la gélatinisation peuvent disparaître. En outre SAIR (1967) a montré que pour des teneurs en eau variant entre 22 et 37 % (b.s.), un traitement à des températures de l'ordre de 95 à 110°C pouvait conférer une nouvelle structure cristalline au grains, la rendant plus difficilement accessible à la gélatinisation. Ce phénomène est appelé le recuit (annealing).

La cuisson de la pulpe de manioc, puisqu'elle est suivie d'une opération de séchage, sans diminution de la température n'induit pas théoriquement de rétrogradation de l'amidon après refroidissement. Néanmoins, il convient de se pencher plus en détail sur le phénomène de gélatinisation qui est une des étapes essentielles de l'opération de cuisson-séchage car elle interfère sur la qualité du produit fini.

2.2. LA GELATINISATION DE L'AMIDON

La gélatinisation de l'amidon est une réaction physico-chimique correspondant à un nouvel arrangement structural des polymères composant l'amidon.

Ce nouvel état, rend l'amidon plus accessible aux hydrolyses enzymatiques et donc plus digestible par l'organisme humain. C'est donc une opération importante dans le contexte de l'industrie agro-alimentaire.

Ce phénomène a d'ailleurs été largement étudié dans la littérature et est désormais bien connu sur le plan de ses conséquences sur les propriétés physico-chimiques de l'amidon. Ainsi, DUPRAT et al. (1980) signalent une forte augmentation de la capacité d'hydratation ainsi qu'une solubilisation de l'amidon au cours de la gélatinisation pour des amidons d'origine botanique diverses.

En revanche, l'interprétation des phénomènes physico-chimiques induisant ce changement de comportement a été controversé jusqu'à ces dernières années. Les articles de MAURICE et al. (1985) et SLADE et al. (1988) semblent maintenant montrer qu'une explication consistante des changements de structure a été trouvée.

2.2.1. Aspect thermodynamique

La gélatinisation est une réaction irréversible, faiblement endothermique, correspondant à un changement d'état thermodynamique de la structure cristalline de l'amidon. Des expériences effectuées par Analyse Enthalpique Différentielle ont montré qu'au voisinage

de la température de dépolarisation - perte de la croix de biréfringence - encore appelée température de gélatinisation, apparaît un endotherme, non reproductible au cours d'un nouveau cycle de chauffe.

Plutôt qu'une température déterminée de gélatinisation, on définit généralement un domaine de température à l'intérieur duquel apparaît le pic endothermique. Cette gamme de température dépend entre autres, de l'origine botanique de l'amidon, mais également des traitements éventuels subis par ce dernier (traitements chimiques ou thermique), et de la teneur en eau de l'amidon. En présence d'un excès d'eau ($X \gg 1$ kg eau/kg amidon sec), elle se situe entre 52 et 63 °C pour l'amidon de blé, 62 et 72 °C pour le maïs et 66 et 77°C pour le riz (DUPRAT et al., 1980). Pour l'amidon de manioc, la gélatinisation débute à 60°C environ pour devenir totale vers 80°C (MERCIER, 1982).

Les enthalpies de transformation mesurées sont faibles et vont de 10 à 13 kJ/kg pour l'amidon de maïs (MESTRES, 1986) à 17,6 kJ/kg pour l'amidon de pomme de terre (SHIOTSUBO et al, 1984).

2.2.2. Influence de la teneur en eau

La teneur en eau de l'amidon influence fortement la gélatinisation. DUPRAT et al. (1980) ont montré que lorsque le rapport eau/amidon devient inférieur à 1, le gonflement des granules est limité et la masse solubilisée reste faible. La température de gélatinisation croît d'autant plus fortement que la teneur en eau diminue (VAN DEN BERG, 1981).

Comme l'illustre la figure < 2.2 >, représentant une famille d'endothermes classiques obtenue par AED, on observe une nette évolution de la forme de la courbe au fur et à mesure que la teneur en eau décroît. Ainsi, dans des conditions d'excès d'eau, le pic de gélatinisation est quasiment symétrique, et la gélatinisation intervient dans un intervalle de température réduit. Lorsque la teneur en eau diminue, un deuxième pic apparaît décalé par rapport au premier sur l'échelle des températures, puis seul celui-ci subsiste pour les très faibles humidités.

Une diminution de l'enthalpie totale du phénomène a également été observée par différents auteurs (SHIOTSUBO et al., 1984 ; BILIADERIS et al., 1980 ; DONOVAN, 1979). Celle-ci est expliquée par le fait que la quantité d'eau présente est insuffisante pour permettre une gélatinisation complète de l'amidon.

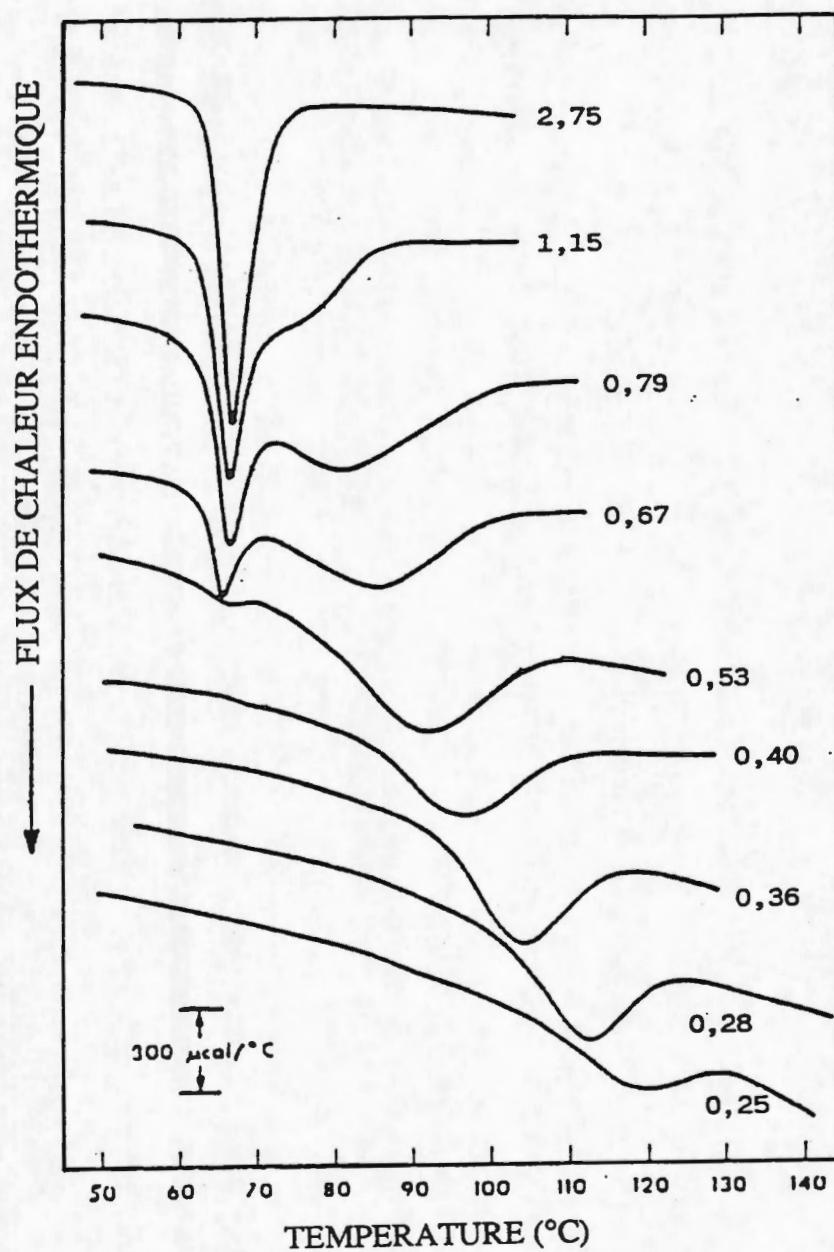


Figure <2.2> : Thermogrammes de gélatinisation de l'amidon de pomme de terre à différentes hydratations obtenus par Analyse Enthalpique Différentielle (d'après DONOVAN, 1979).

2.2.3. Interprétation physico-chimique de la gélatinisation

2.2.3.1. Approche classique

BILIADERIS et al. (1980) proposent une explication très séduisante du phénomène du fait de sa simplicité et de sa capacité à décrire les observations présentées dans la littérature. Elle est basée sur la structure partie amorphe et partie cristalline du grain d'amidon et sur la théorie de fusion des polymères. Lors d'un traitement thermique en présence d'un excès d'eau, la zone amorphe du grain gonfle préférentiellement du fait de sa plus grande capacité d'hydratation relativement à la zone cristalline qui ne peut retenir que l'eau susceptible d'entrer dans le réseau cristallin. Ces zones amorphes qui ne sont pas homogènes et surtout étroitement liées aux zones cristallines, déstabilisent les cristallites en augmentant la mobilité des chaînes de polymères. Il s'ensuit une dissolution des cristallites caractérisée par la disparition du spectre de diffraction. FLORY (1978) a proposé une équation permettant de calculer la température de dissolution des cristallites d'un polymère en fonction de la température de fusion du polymère sec et du volume de solvant.

Celui-ci a supposé que le phénomène se produisait à l'équilibre le long de la courbe de solidus et était une transition de phase du premier ordre.

2.2.3.2. Nouvelle approche

SLADE et al. (1988) faisant suite aux travaux de MAURICE et al. (1985), ont réfuté cette interprétation et ont proposé une nouvelle théorie, considérant que la gélatinisation résulte de la superposition de deux phénomènes :

- une transition vitreuse supposée être une transition de phase du deuxième ordre (ORFORD et al., 1989), durant laquelle les zones amorphes passent d'un état métastable (vitreux) à un état instable (visco-plastique);
- une fusion des cristallites expliquée par un processus de relaxation de structure hors de l'équilibre, assimilable à une transition de phase du premier ordre. L'état instable créé par la transition vitreuse évolue vers un état thermodynamiquement stable (solution de polymères) en entraînant la dissolution des cristallites.

Ainsi, lorsque les zones amorphes du grain d'amidon atteignent la température de transition vitreuse, les chaînes de polymères voient leur mobilité s'accroître sous l'effet de l'expansion thermique et du solvant. Cette plastification des zones amorphes du grain, qui sont étroitement liées aux zones cristallines entraîne un début de dissociation des microcristallites et de manière simultanée une expansion volumique des chaînes de polymère suivie naturellement par une reprise d'eau dans les vides créés entre les chaînes. La structure cristalline est ainsi détruite progressivement par une suite d'états de relaxation de la structure. La fusion des cristallites est donc limitée cinétiquement par la

plastification des zones amorphes, subordonnée elle-même à la transition vitreuse. En outre, la température à laquelle s'effectuera la dissociation des cristallites sera toujours supérieure à la température de transition vitreuse T_{vi} .

L'eau contenue dans les zones amorphes agissant en tant que plastifiant, elle contribue à diminuer la température T_{vi} . La répartition de l'eau au sein de l'amidon joue également un rôle crucial. En effet, il est apparu que la teneur en eau interne des granules, retenue majoritairement dans les zones amorphes (VAN DEN BERG, 1981), est de l'ordre de 10 % (b.h.) quelle que soit la teneur en eau totale de l'amidon. Seule cette faible quantité d'eau va donc réaliser une action plastifiante, ce qui explique une valeur relativement élevée de T_{vi} (60-70°C) mais également sa faible variation dans un large domaine de teneur en eau totale. Les températures T_{vi} ont été données par ORFORD et al. (1989) pour l'amidon dans un domaine de teneur en eau de 10 à 22 % (b.h.) (figure < 2.3 >). Elle peut également être prédite grâce à la théorie des volumes libres présentée par WILLIAMS et al. (1955).

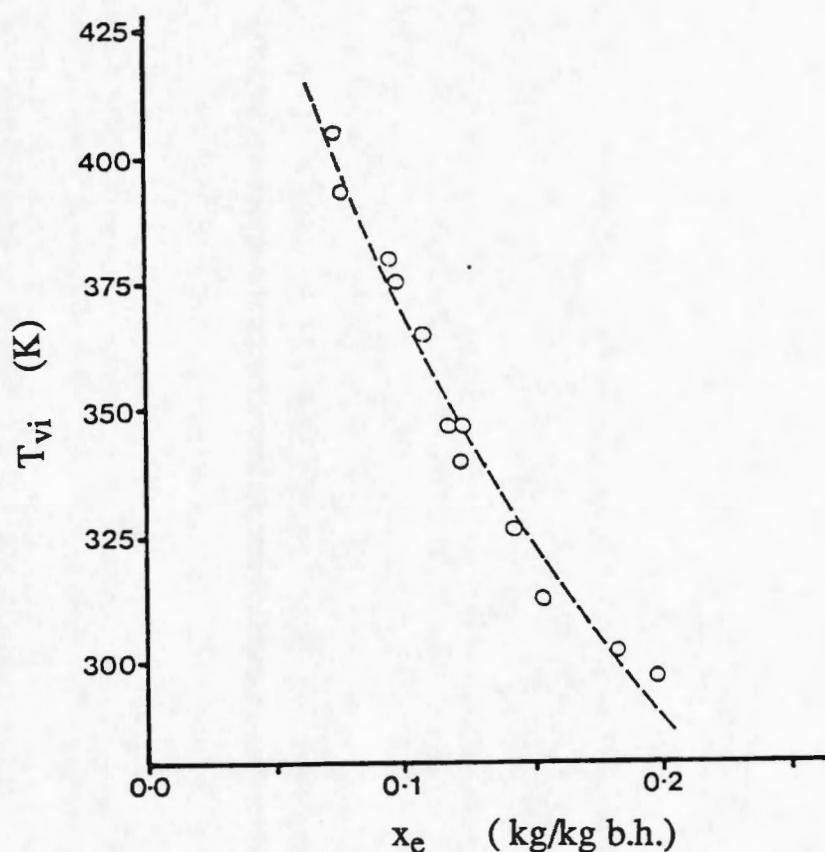


Figure < 2.3 > : Température de transition vitreuse de l'amidon en fonction de la teneur en eau (d'après ORFORD et al., 1989).

Finalement, au cours de la gélatinisation d'un amidon natif, la transition vitreuse et la relaxation de structure associée vont dépendre des conditions instantanées de teneur en eau et de température. Les températures de transition vitreuse et de dissociation des

cristallites vont évoluer au fur et à mesure que se produit la plastification des zones amorphes des granules.

Pour vérifier leur théorie, SLADE et al. ont déterminé par AED les températures de transition vitreuse T_{vi} et de fusion des cristallites T_{fu} pour l'amidon de blé et l'amidon de maïs, ayant une teneur en eau totale de 55 % (b.h.). Pour les deux amidons utilisés, la température de transition vitreuse T_{vi} a été déterminée comme la température T_{pic} correspondant au minimum de l'endotherme. Il semble toutefois de manière plus générale qu'elle se situe entre la température de début de la réaction T_0 et la température de pic T_{pic} . La dissociation des cristallites a été de préférence caractérisée par la température de fin du pic endothermique T_f , marquant l'achèvement de la réaction de fusion. Les températures T_{vi} et T_{fu} mesurées sont respectivement de 63°C et de 92°C pour le blé et de 71,5 et 95°C pour le maïs. Il faut enfin souligner que le pic endothermique observé au cours de la gélatinisation prendra en compte tous les phénomènes cités et notamment, outre l'enthalpie de fusion des cristallites, la variation de chaleur massique associée à la transition de phase du second ordre qu'est la transition vitreuse.

2.2.3.3. La relaxation de structure

Ainsi que l'a décrit KAREL (1985) pour la cristallisation, la relaxation de structure est un phénomène dépendant du temps, dont les constantes de temps dépendent de la teneur en eau (activité de l'eau) et de la température. L'évolution d'une propriété caractéristique Φ du système - par exemple la viscosité - après la transition vitreuse, va s'effectuer selon une loi exponentielle du type :

$$\frac{\Phi(t) - \Phi_{equ}}{\Phi_0 - \Phi_{equ}} = e^{-\frac{t}{\tau}} \quad (2-1)$$

où Φ_0 et Φ_{equ} sont respectivement les valeurs de Φ avant transition et au nouvel état d'équilibre,

τ est une constante de temps dépendant de l'humidité et de la température.

Le rapport t/τ conditionne l'allure de la courbe d'évolution de Φ ; ainsi la décroissance de la courbe sera d'autant plus rapide que t/τ est élevé. Cette remarque est particulièrement intéressante pour évaluer l'influence de la cinétique de chauffe dans le cas de la gélatinisation. En effet pour une vitesse de chauffe linéaire du type $T = K_2 t$, classique en AED, et si τ varie faiblement avec la température, le rapport t/τ sera inversement proportionnel à la constante de chauffe K_2 . Il résulte que pour des conditions de température et d'humidité données, une cinétique de chauffe rapide entraînera une relaxation de structure plus lente, et par conséquent une vitesse de gélatinisation plus

faible, que dans le cas d'une faible vitesse de chauffe. Une autre conséquence sera un décalage dans le temps du phénomène et donc un déplacement prévisible de l'endotherme vers les fortes températures.

2.2.3.4. Cinétique du phénomène de gélatinisation

Concernant la cinétique du phénomène de gélatinisation, SLADE et al. précisent que la dépendance de la température ne peut être décrite correctement par des lois de type Arrhénius, puisque le phénomène déterminant est la transition vitreuse. A notre connaissance peu de tentatives de modélisation du phénomène ont été effectuées. Seul LUND et al. (1984) ont essayé d'appliquer un modèle de réaction d'ordre 1. Malgré le manque de justification fondamentale, ces auteurs observent empiriquement que cette loi est en bon accord avec les mesures expérimentales à partir d'un temps t_l , appelé temps de latence de la réaction. A la lumière de ce qui a été présenté, il apparaît que ce temps de latence est très certainement lié à la transition vitreuse au cours de laquelle le taux de gélatinisation augmente faiblement.

En raison du caractère très nouveau des interprétations de SLADE et al., et de ce fait du manque d'informations fiables sur les cinétiques théoriques de gélatinisation, notre approche sera en partie similaire à celle de LUND et al. (1984). Nous viserons à modéliser le phénomène en terme de cinétique chimique en essayant de déterminer un ordre de réaction empirique. Cette méthode approchée est cohérente avec une valorisation pratique des résultats qui est la raison d'être de ce travail de recherche.

2.3. LA GELATINISATION DE LA PULPE DE MANIOC

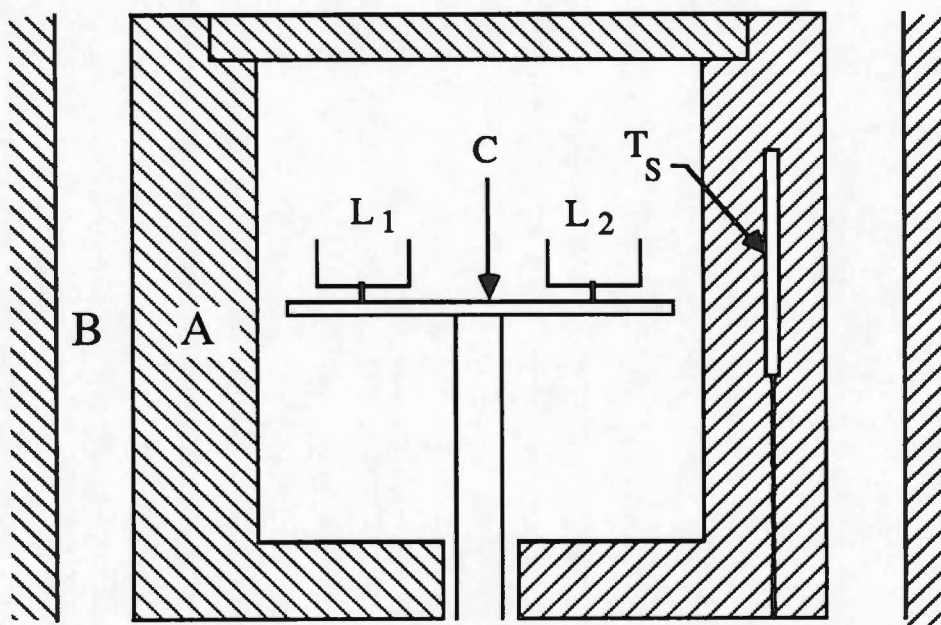
2.3.1. Matériels et méthodes

2.3.1.1. L'Analyse Enthalpique Différentielle

Principe

Les mesures ont été réalisées par le laboratoire de thermochimie minérale de l'INSA de Lyon, grâce à une appareil METTLER TA 2000 B dont la gamme d'utilisation s'étend de 100 à 825 K. Cet instrument est un microcalorimètre différentiel à cellules couplées de sensibilité 1,5 mV/ μ W, dont le schéma de principe est donné à la figure < 2.4 > . Il est constitué des principaux modules suivants :

- un four en argent, chauffé par une résistance électrique et refroidi par un courant d'azote. La température du four peut être ajustée en permanence à celle du point de consigne.



- A : four
- B : Enceinte thermostatée
- C : Plaque support en verre sur laquelle est fixée la tête de mesure (thermocouples Au - Ni)
- L₁ : nacelle contenant l'échantillon de produit
- L₂ : nacelle de référence
- T_s : sonde de température

Figure < 2.4 > : Schéma de principe d'un calorimètre différentiel à balayage (d'après BRUN et CLAUDY, 1983).

- deux nacelles de faibles dimensions (6 mm de diamètre et 2 mm de hauteur pour le modèle standard) posées sur une plaque de verre en contact thermique avec le four. Cette plaque est équipée de 5 thermocouples Au-Ni constituant la tête de mesure.
- un dispositif électronique assurant le traitement du signal calorimétrique.

Les transferts de chaleur entre le four et l'échantillon se font par conduction au travers de la plaque de verre et dans le gaz environnant.

L'équation générale décrivant ces transferts de chaleur s'exprime de la manière suivante :

$$K_1 \Delta = \phi_1 - \phi_2 \quad (2-2)$$

- où K_1 est la constante du calorimètre (W/V)
 Δ est le signal calorimétrique (V)
 ϕ_1 est le flux de chaleur entrant dans la nacelle échantillon (W)
 ϕ_2 est le flux de chaleur entrant dans la nacelle de référence (W)

Les flux ϕ_1 et ϕ_2 s'expriment en fonction des grandeurs thermodynamiques classiques, de sorte que :

$$\phi_1 = \frac{dQ_1}{dt} = \frac{dH_1}{dt} + C_1 \frac{dT}{dt} \quad (2-3)$$

- où H_1 est l'enthalpie de la transition de phase intervenant durant le balayage calorimétrique,
 C_1 est la capacité calorifique du produit (J/K),
 dT/dt est la vitesse de chauffe imposée au calorimètre (K/s).

Si aucune transition de phase ne se produit au cours du balayage thermique ($dH/dt = 0$), le signal calorimétrique ne traduira que la variation de capacité calorifique en fonction de la température. Cette méthode de mesure est décrite ultérieurement.

Dans le cas d'une réaction de gélatinisation, la transition sera matérialisée par une courbe endothermique présentant un pic de flux de chaleur. Si l'on utilise le manioc anhydre comme référence, l'équation (2-2) se transforme comme suit :

$$K_1 \Delta = \frac{dH_{gel}}{dt} + (C_1 - C_2) \frac{dT}{dt} \quad (2-4)$$

- avec $C_1 = m_{ma,1} C_{pma} + m_e C_{pe} + m_{cre,1} C_{pcre}$
 $C_2 = m_{ma,2} C_{pma} + m_{cre,2} C_{pcre}$

où m_{ma} , m_e et m_{cre} sont respectivement la masse de manioc anhydre, la masse d'eau et la masse du creuset,
 C_{pma} , C_{pe} et C_{pcre} les chaleurs massiques de ces constituants respectifs.

Le signal enregistré sera donc la somme de la chaleur latente de gélatinisation et de la variation de capacité calorifique ($C_1 - C_2$), qui va croître en fonction de la température. Néanmoins, l'utilisation de la pulpe de manioc anhydre comme référence fait que ce terme est faible ($\Delta C \approx m_e C_{pe}$) et la détermination de la ligne de base du thermogramme n'a posé aucune difficulté particulière au cours des manipulations réalisées.

Exploitation des résultats

La figure < 2.5 > présente un endotherme typique obtenu par AED. Le pic endothermique est défini par sa température de départ T_d , sa température au maximum d'intensité appelée température de pic T_{pic} et sa température de fin T_f . Ces températures sont déterminées graphiquement comme indiqué sur la figure < 2.5 >. Les températures de début et de fin de réaction, notées respectivement T_0 et T_1 , sont les températures pour lesquelles le thermogramme coupe la ligne de base (flux de chaleur consommé nul).

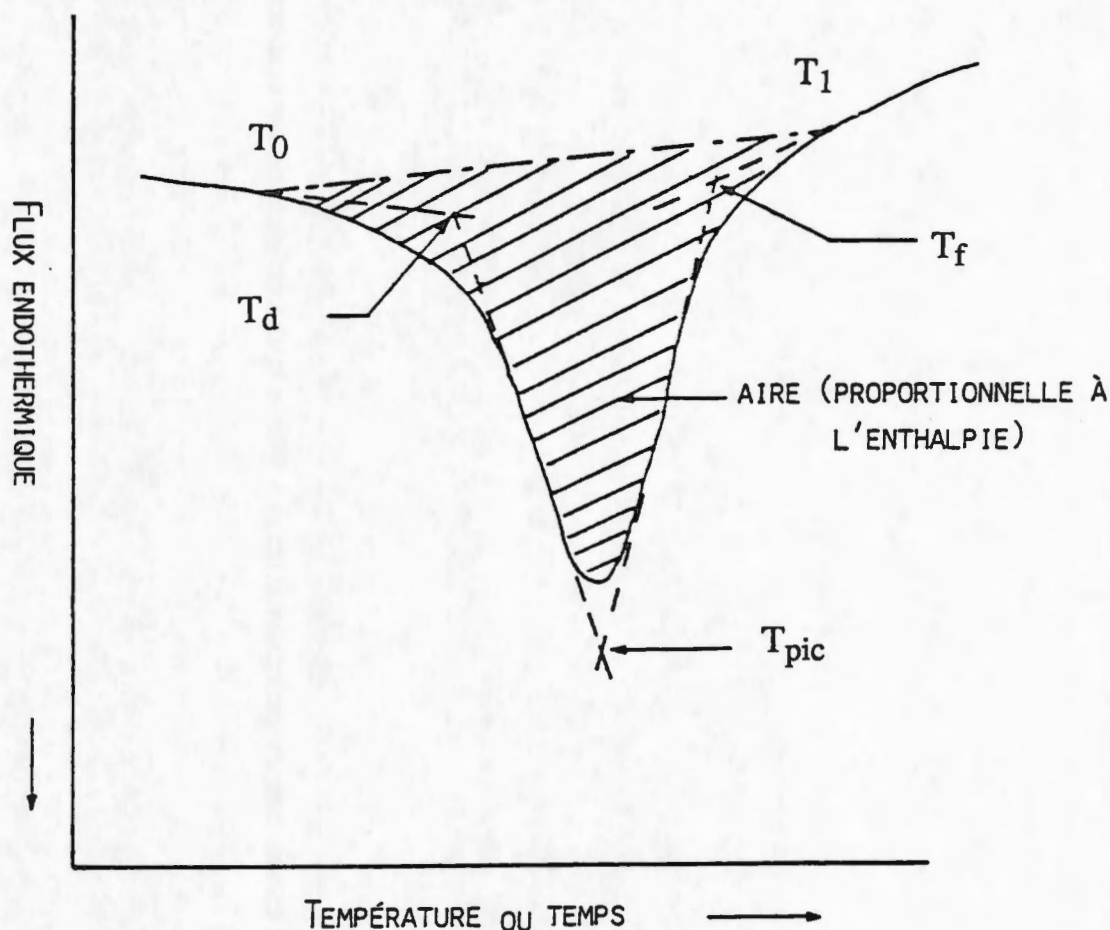


Figure < 2.5 > : Thermogramme de gélatinisation typique en Analyse Enthalpique Différentielle - Détermination des températures caractéristiques du pic (d'après LUND et al., 1984).

L'enthalpie totale de gélatinisation est obtenue par détermination de l'aire totale comprise entre la ligne de base et la courbe expérimentale, conformément à l'équation :

$$\Delta H_{\text{gel},T} = \int_{t_0}^{t_1} \frac{dH_{\text{gel}}}{dt} dt \quad (2-5)$$

où t_0 et t_1 sont respectivement les instants de début et de fin de réaction.

Si n désigne le nombre de moles d'amidon natif à l'instant t , la quantité dn de moles qui réagit va induire proportionnellement une variation d'enthalpie dH_{gel} . La constante de proportionnalité est obtenue par le rapport du nombre de moles initiales n_0 à l'enthalpie totale de transformation $\Delta H_{\text{gel},T}$. Il en résulte l'équation :

$$\frac{dn}{n_0} = - \frac{dH_{\text{gel}}}{\Delta H_{\text{gel},T}} \quad (2-6)$$

De cette relation peuvent être déduites deux équations supplémentaires, exprimant la vitesse et le degré d'avancement de la réaction en fonction des énergies consommées :

$$\frac{d\left[\frac{n}{n_0}\right]}{dt} = - \frac{\frac{dH_{\text{gel}}}{dt}}{\Delta H_{\text{gel},T}} \quad (2-7)$$

et

$$\frac{n}{n_0} = \frac{\Delta H_{\text{gel},R}}{\Delta H_{\text{gel},T}} \quad (2-8)$$

$\Delta H_{\text{gel},R}$ est l'enthalpie résiduelle entre t donné et t_1 , c'est à dire l'aire délimitée par le segment horizontal (t, t_1), le segment vertical ($t, dH_{\text{gel}}/dt$) et la courbe endotherme (voir figure < 2.6 >). (n/n_0) est la fraction restante d'amidon natif.

On s'intéresse généralement à la fraction d'amidon gélatinisé, notée f_g , qui peut donc être calculée grâce à la formule :

$$f_g = 1 - \frac{n}{n_0} = \frac{\Delta H_{\text{gel},T} - \Delta H_{\text{gel},R}}{\Delta H_{\text{gel},T}} \quad (2-9)$$

Le terme $\Delta H_{\text{gel},T} - \Delta H_{\text{gel},R}$ est l'enthalpie consommée, notée $\Delta H_{\text{gel},C}$, correspondant à l'aire complémentaire de $\Delta H_{\text{gel},R}$ par rapport à l'aire totale définissant $\Delta H_{\text{gel},T}$.

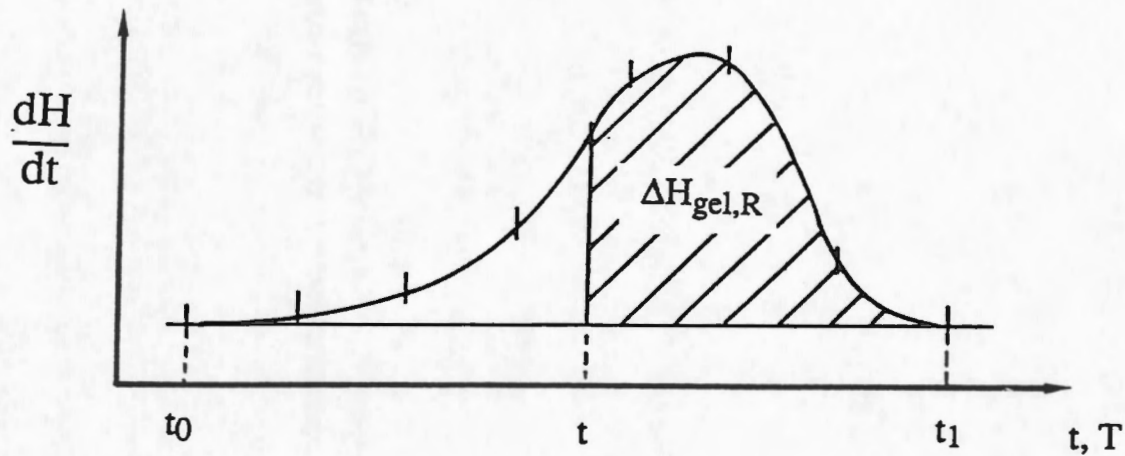


Figure < 2.6 > : Etude d'un thermogramme obtenu par A.E.D. en balayage dynamique.

Données cinétiques

Les courbes endothermes peuvent également fournir les données cinétiques approchées de la réaction, telles que l'ordre de réaction noté α , et la constante de réaction k .

L'équation classique de cinétique chimique décrivant l'évolution de la vitesse de réaction, peut être posée de la manière suivante :

$$\frac{d\left[\frac{n}{n_0}\right]}{dt} = k \left(\frac{n}{n_0}\right)^\alpha \quad (2-10)$$

A l'aide des équations (2-7) et (2-8), elle peut être réécrite en fonction des données énergétiques mesurées par AED :

$$\frac{\frac{dH_{gel}}{dt}}{\Delta H_{gel,T}} = k \left[\frac{\Delta H_{gel,R}}{\Delta H_{gel,T}} \right]^\alpha \quad (2-11)$$

d'où la formule pour k :

$$k = \frac{dH_{gel}}{dt} \frac{\Delta H_{gel,T}^{\alpha-1}}{\Delta H_{gel,R}^{\alpha}} \quad (2-12)$$

Dans l'hypothèse d'une réaction d'ordre 1, l'équation (2-12) se simplifie sous la forme :

$$k = \frac{\frac{dH_{gel}}{dt}}{\Delta H_{gel,R}} \quad (2-13)$$

Si l'on suppose en outre que l'influence de la température sur la réaction suit une loi de type Arrhénius :

$$k = k_0 e^{-\frac{E_A}{RT}} \quad (2-14)$$

le tracé des courbes $\ln(k) = f(1/T)$ permet le calcul de la constante k_0 et de l'énergie d'activation E_A de la réaction. Ce calcul ne peut bien sur être effectué qu'en connaissant l'ordre de réaction. Des méthodes de détermination de α à partir des endothermes existent, mais sont peu fiables car le calcul est fait sur la base de 3 points choisis arbitrairement. La manière de procéder la plus simple est de se fixer un ordre de réaction plausible et de recalculer les valeurs de k données par l'équation (2-12) avec les droites théoriques d'Arrhénius.

2.3.1.2. Mode opératoire

La pulpe de manioc a été complètement déshydratée à l'étuve sous vide à 40°C pendant 48 h, puis conditionnée sous vide en sachets plastiques. Au laboratoire de l'INSA, elle a été stockée en atmosphère anhydre pendant 8 jours.

Le conditionnement à différentes teneurs en eau (1,1 ; 1,2 ; 1 ; 0,9 ; 0,8 ; 0,65, 0,45 et 0,3 kg/kg (b.s.)) a été effectué dans les creusets par ajout d'une quantité voulue d'eau distillée. La masse de produit utilisée a varié selon les expériences de 15 à 30 mg. Pour obtenir une hydratation homogène des échantillons, les creusets ont été laissés au repos durant 3 h avant leur traitement.

Les nacelles employées sont des creusets haute pression en Nickel de 120 μ l de volume. Comme cela a été signalé précédemment, la pulpe à l'état anhydre a été utilisée comme référence.

2.3.1.3. Expérimentations réalisées

Trois types d'expérimentations ont été réalisées :

influence de la teneur en eau

Les échantillons conditionnés à différentes teneurs en eau ont subi un balayage dynamique avec une cinétique de chauffe de $2^{\circ}\text{C}/\text{mn}$, permettant d'obtenir un signal significatif. La balayage a été effectué de la température ambiante jusqu'à 130°C , ce qui permet de couvrir tout le domaine de température du phénomène.

influence de la cinétique de chauffe

Pour une teneur en eau de $1,2 \text{ kg/kg}$ (b.s.), 4 cinétiques de chauffe allant de $0,5$ à $5^{\circ}\text{C}/\text{mn}$ ont été essayées. L'exploitation de la mesure à $0,5^{\circ}\text{C}/\text{mn}$ a été rendue impossible en raison de la faiblesse du signal enregistré.

étude cinétique

Pour une température constante de 70°C , deux cinétiques de gélatinisation ont été mesurées à $0,9$ et $1,1 \text{ kg/kg}$ (b.s.). Les creusets préparés à la teneur en eau voulue ont été laissés 5 , 10 et 20 mn dans le four à une température constante de 70°C . Un balayage dynamique jusqu'à 130°C a permis de déterminer l'enthalpie de transition restante $\Delta H_{\text{gel,R}}$. La fraction d'amidon gélatinisé est ensuite calculée grâce à la relation (2-9).

2.3.2. Résultats et discussions

2.3.2.1. Influence de la teneur en eau

La figure < 2.7 > présente les thermogrammes de gélatinisation obtenus. Leur forme très caractéristique est similaire à celle qui a été mise en évidence pour d'autres types d'amidon. L'évolution de celle-ci avec la diminution de la teneur en eau reflète les résultats proposés par d'autres auteurs avec notamment l'apparition d'un deuxième pic pour $X = 1,1 \text{ kg/kg}$ (b.s.) qui s'efface pour X proche de $0,45 \text{ kg/kg}$ (b.s.); DONOVAN (1979) observe cette disparition pour $X = 0,4 \text{ kg/kg}$ (b.s.) avec de l'amidon de pomme de terre.

La température de début de pic T_d se situe aux environs de 65°C pour $X = 1,2 \text{ kg/kg}$ (b.s.). Comme l'indique la figure < 2.8 >, elle croît faiblement jusqu'à $X = 0,45 \text{ kg/kg}$ (b.s.) ($T_d = 68,5^{\circ}\text{C}$) pour atteindre 100°C à $X = 0,3 \text{ kg/kg}$ (b.s.).

COURBES ACD : MANIOC/H₂O

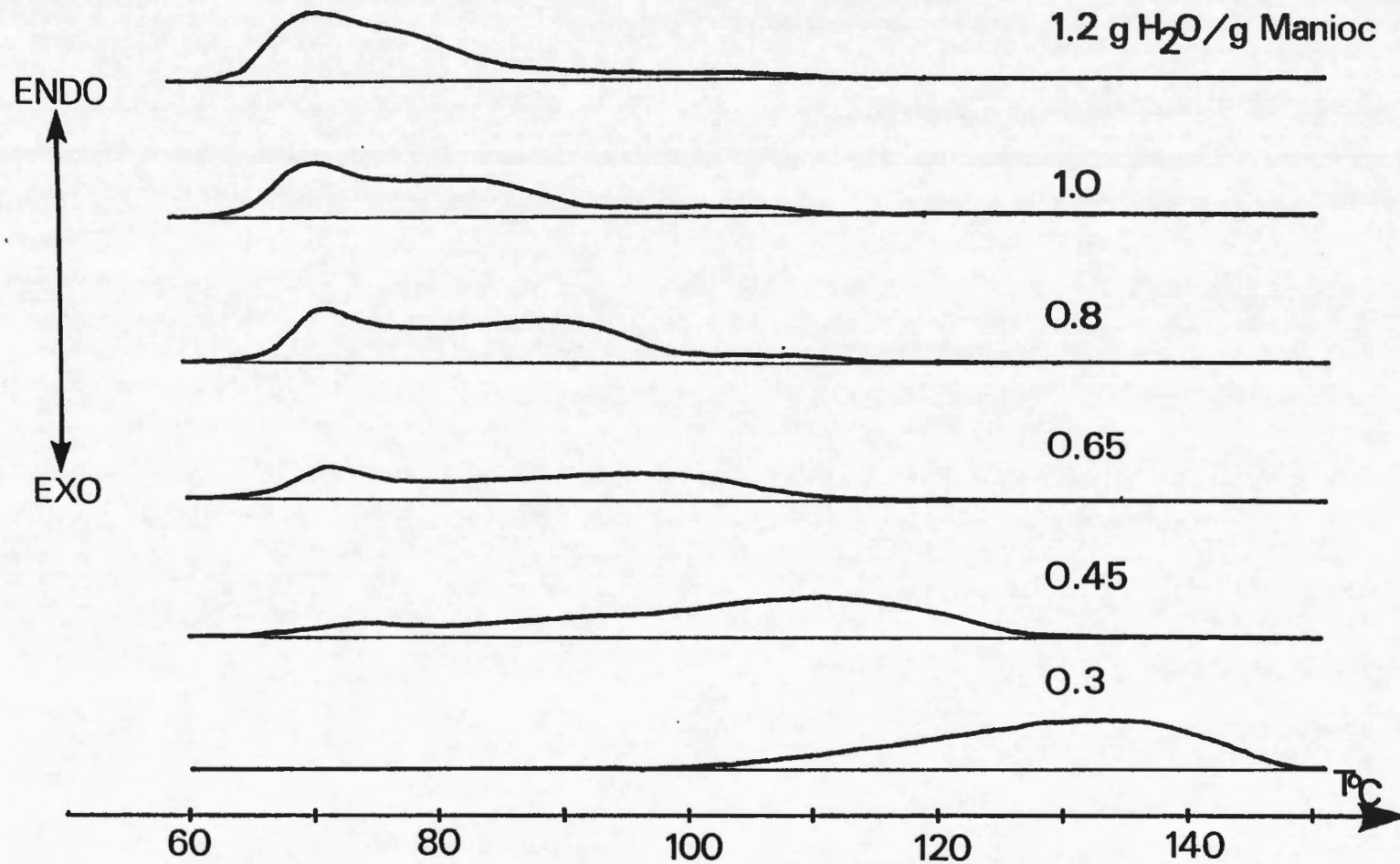


Figure < 2.7 > : Endothermes de g  latinisation de la pulpe de manioc    diff  rentes hydratations.

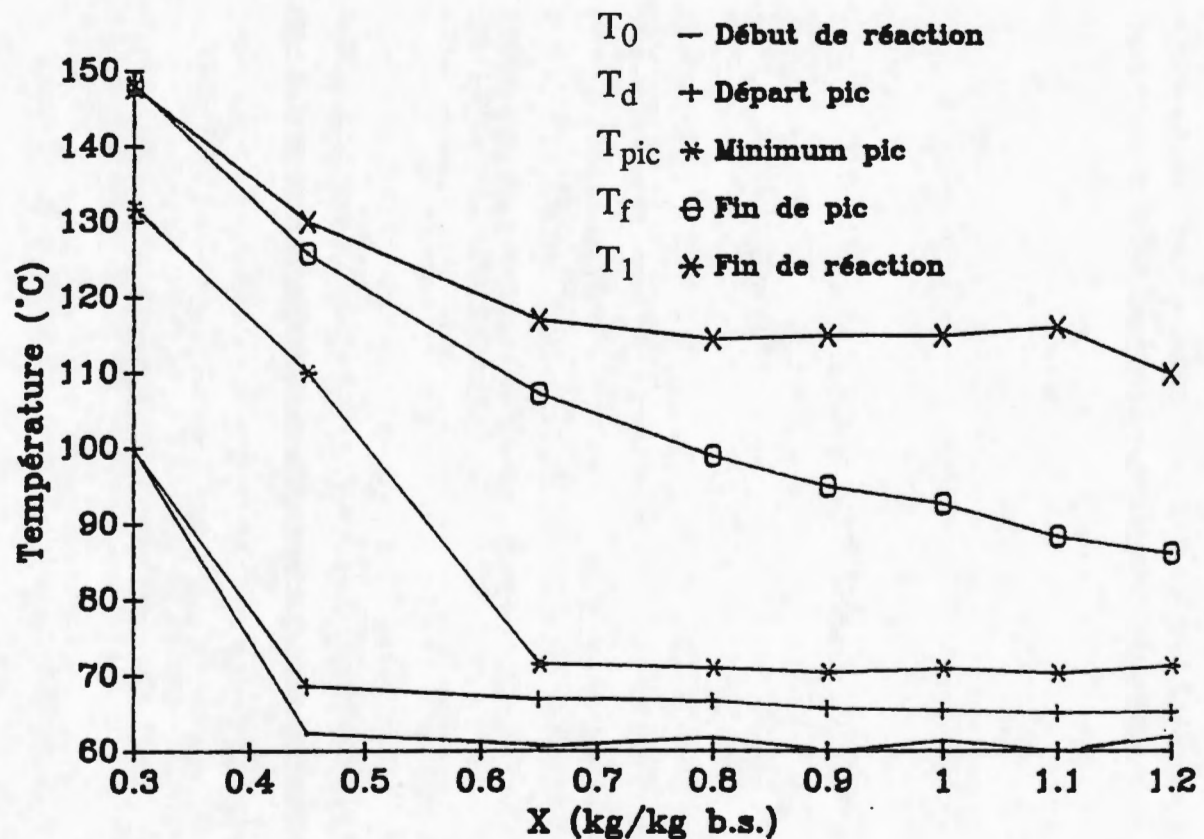


Figure < 2.8 > : Températures caractéristiques de gélatinisation de la pulpe de manioc - Influence de la teneur en eau - Cinétique de chauffe : 2 °C/mn.

Cette observation s'applique également à la température du pic T_{pic} qui reste proche de 71°C jusqu'à $X = 0,65$ kg/kg (b.s.), puis croît brusquement jusqu'à 132 °C pour $X = 0,3$ kg/kg (b.s.).

Si l'on se réfère à SLADE et al. (1988), cette température T_{pic} caractérise la transition vitreuse. Ainsi dans le cadre de cette interprétation, il semblerait que jusqu'à $X = 0,65$ kg/kg (b.s.) la teneur en eau intrinsèque des granules soit quasiment constante, de sorte que la transition vitreuse s'effectue à une température constante proche de 71 °C. Au dessous de cette humidité critique, la forte augmentation de la température T_{vi} est à relier à la diminution de la teneur en eau interne des grains d'amidon. La transition vitreuse résulte alors principalement de l'effet de la température. Ces observations confirment donc bien que seule la quantité d'eau contenue à l'intérieur des grains joue un rôle actif de solvant dans la transition vitreuse. En se rapprochant des travaux d'ORFORD et al (1989), cette teneur en eau interne des granules se situe autour de 12 % (b.h.) pour une humidité totale comprise entre 0,65 kg/kg (b.s.) ($T_{vi} = 344$ K) et n'est plus que de 7,5 % (b.h.) pour $X = 0,3$ kg/kg (b.s.) ($T_{vi} = 405$ K).

La température de fin de pic T_f , supposée indiquer la fin de fusion des cristallites, croît continûment au fur et à mesure que la teneur en eau diminue. Elle évolue de 87 à 150 °C

pour X variant de 1,2 à 0,3 kg/kg (b.s.). En revanche, cette augmentation régulière de T_f signifie qu'une fois la transition vitreuse réalisée la disparition de la structure cristalline dépend essentiellement de l'humidité totale de l'amidon.

Les enthalpies de transition mesurées, et présentées dans le tableau [2.1], sont très proches quelle que soit la teneur en eau. Le maximum obtenu pour $X = 1 \text{ kg/kg (b.s.)}$ est de 18,1 kJ/kg, alors que le minimum est de 13 kJ/kg pour $X = 0,65 \text{ kg/kg (b.s.)}$. En outre, l'incertitude sur les mesures ne nous permet pas de conclure à une évolution particulière de l'enthalpie et notamment dans le sens d'une diminution. La moyenne des valeurs mesurées est de $15,8 \pm 1,5 \text{ kJ/kg}$.

Tableau [2.1] : Enthalpies totales de gélatinisation $\Delta H_{\text{gel},T}$ mesurées par A.E.D. pour différentes teneurs en eau.

Teneur en eau, X (kg/kg (b.s.))	Enthalpie de gélatinisation, $\Delta H_{\text{gel},T}$ (kJ/kg de m.s.)
0,30	15,8
0,45	15,4
0,65	13,0
0,80	15,4
0,90	15,5
1,00	17,3
1,10	18,1
1,20	16,1

La figure < 2.9 > illustre l'évolution du taux de gélatinisation en fonction de la température pour les différentes humidités de la pulpe de manioc étudiées. Elles traduisent clairement la forte influence du facteur teneur en eau, puisque pour un taux de gélatinisation donné, la température requise sera nettement plus élevée dans le cas d'une faible teneur en eau. Ainsi, pour un taux de gélatinisation de 50 %, la température nécessaire sera d'environ 75 °C à $X = 1,2 \text{ kg/kg (b.s.)}$, alors qu'elle sera déjà d'environ 88°C pour $X = 0,65 \text{ kg/kg (b.s.)}$ et atteindra plus de 130°C pour $X = 0,30 \text{ kg/kg (b.s.)}$. L'écart maximum de température pour un taux donné est de 10°C environ entre les isostères $X = 1,2 \text{ kg/kg (b.s.)}$ et $X = 0,8 \text{ kg/kg (b.s.)}$, et peut atteindre de 40°C entre $X = 0,8 \text{ kg/kg (b.s.)}$ et $X = 0,3 \text{ kg/kg (b.s.)}$.

Les courbes présentées à la figure < 2.10 > soulignent le caractère limitant de la température dans le domaine de teneur en eau étudié. Ainsi, pour une température finale de 80°C, le taux maximum obtenu sera de 70 % à $X = 1,2 \text{ kg/kg (b.s.)}$.

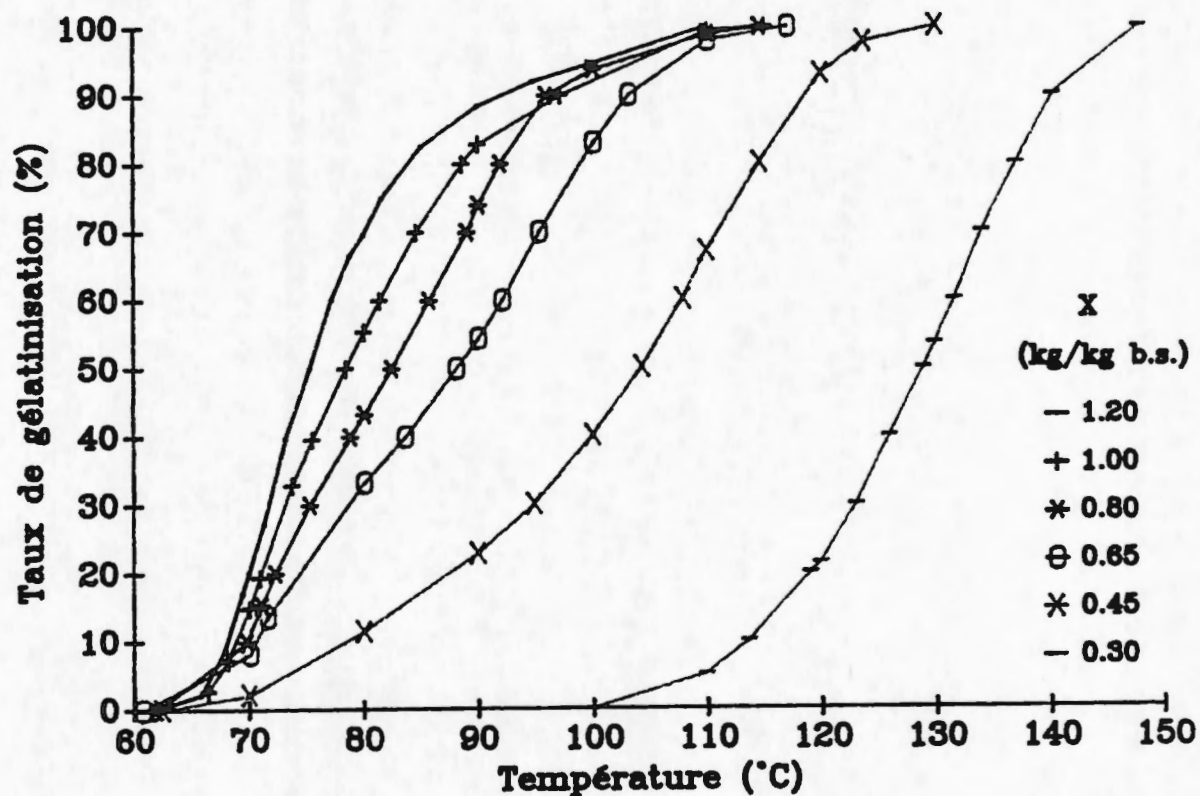


Figure < 2.9 > : Evolution du taux de gélatinisation au cours de la chauffe.
Influence de la teneur en eau - Cinétique de chauffe 2 °C/mn.

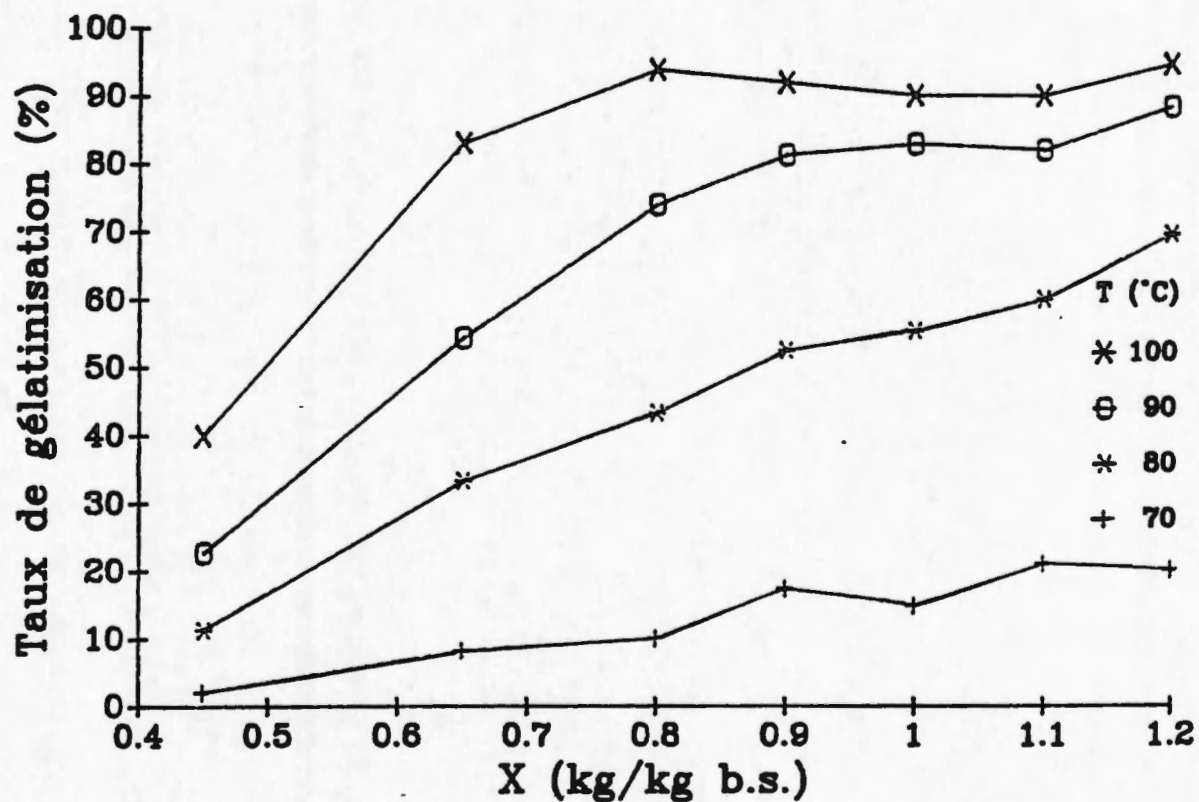


Figure < 2.10 > : Taux de gélatinisations maxima obtenus pour une température finale donnée en fonction de la teneur en eau - Cinétique de chauffe : 2 °C/mn.

Pour les températures inférieures à 80°C, le taux de gélatinisation varie presque linéairement avec la teneur en eau, alors que pour $T > 90^{\circ}\text{C}$, le taux de gélatinisation présente un palier aux fortes teneurs en eau. Ce palier est d'autant plus vite atteint que la température est élevée.

2.3.2.2. Influence de la cinétique de chauffe

Les températures caractéristiques du pic de gélatinisation, rassemblées dans le tableau [2.2], croissent avec la cinétique de chauffe. Ceci souligne l'influence de la vitesse de chauffe sur le phénomène de gélatinisation, influence qui a été déjà mise en évidence par d'autres auteurs (MESTRES, 1986 ; SHIOTSUBO et al., 1984 pour $K_2 > 0,5^{\circ}\text{C/mn}$).

Tableau [2.2] : Evolution des températures caractéristiques du pic de gélatinisation avec la vitesse de chauffe.

Vitesse de chauffe ($^{\circ}\text{C/mn}$)	T_d ($^{\circ}\text{C}$)	T_{pic} ($^{\circ}\text{C}$)	T_f ($^{\circ}\text{C}$)
1	64,1	68,7	87,1
2	65,1	70,0	86,3
5	68,5	75,9	93,3

Cette dépendance de la cinétique de chauffe semble confirmer que le phénomène est limité par le temps de relaxation instantané de la structure (SLADE et al., 1988). En effet, une augmentation de la cinétique de chauffe conduit à une élévation de la température apparente de transition vitreuse T_{vi} , qui provient du décalage entre le temps de chauffe et le temps de relaxation de la structure.

La température de pic, assimilée à T_{vi} , augmente de 7 $^{\circ}\text{C}$ environ lorsqu'on passe de 1 à 5 $^{\circ}\text{C/mn}$. Cet accroissement est supérieur aux prédictions de SLADE et al. qui envisagent une augmentation de 3 à 5 $^{\circ}\text{C}$ lorsqu'on multiplie la vitesse de chauffe par 10. La température T_f est également affectée par la vitesse de chauffe puisqu'elle augmente de 6 $^{\circ}\text{C}$ entre 1 et 5 $^{\circ}\text{C/mn}$. Cette observation peut s'expliquer par le fait que la transition vitreuse limite cinétiquement la dissolution des cristallites (décalage du pic).

L'évolution du taux de gélatinisation aux différentes cinétiques de chauffe est présentée à la figure < 2.11 >. Il est surprenant d'observer que la courbe obtenue pour $K_2 = 1^{\circ}\text{C/mn}$ croise les courbes obtenues à des vitesses supérieures. Néanmoins, l'augmentation de la vitesse de chauffe, pour une température donnée, semble conduire à des taux de gélatinisation plus faibles. Ces résultats paraissent donc concorder avec ce qui a été dit précédemment concernant le caractère limitant de la cinétique de chauffe sur le phénomène dynamique de relaxation de la structure cristalline.

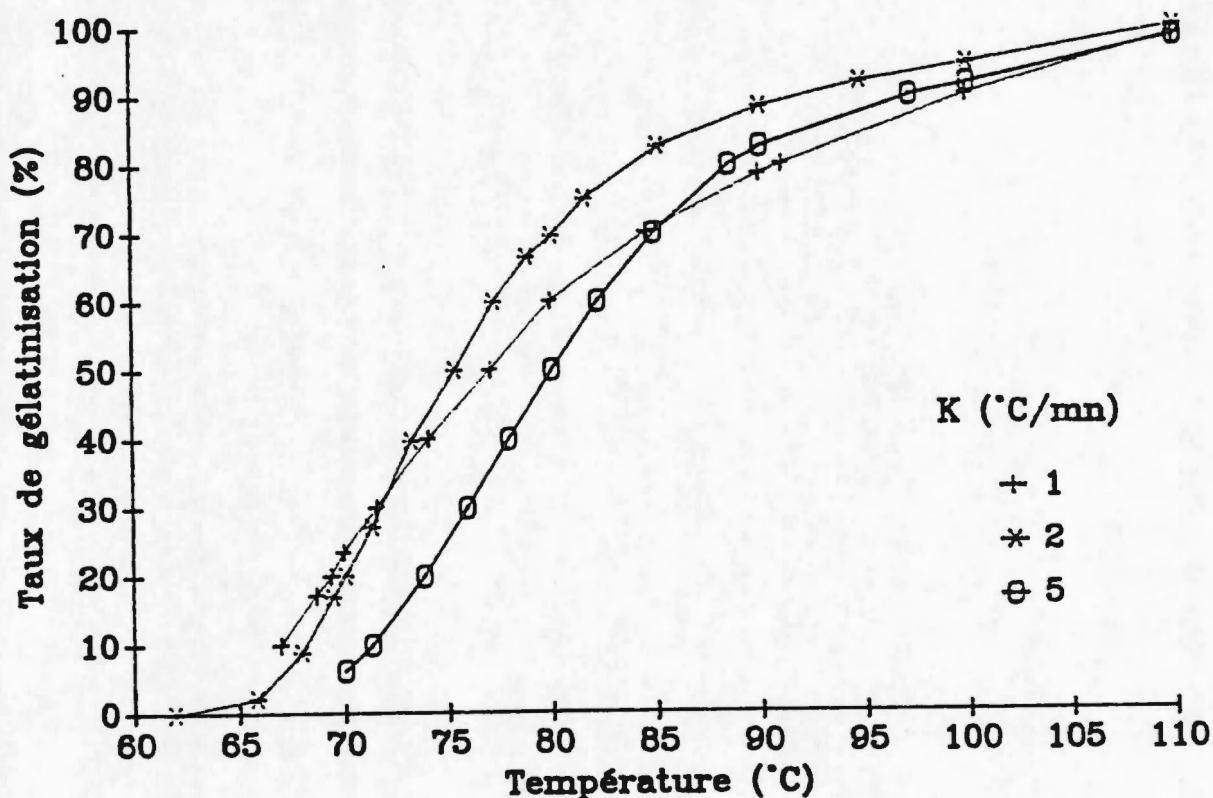


Figure < 2.11 > : Evolution du taux de gélatinisation au cours de la chauffe - Influence de la cinétique de chauffe - $X = 1,2 \text{ kg/kg (b.s.)}$.

2.3.2.3. Etude cinétique

Etude sommaire des cinétiques expérimentales

Les courbes expérimentales reflétant l'évolution du taux de gélatinisation en fonction du temps pour une température de réaction de 70°C sont présentées à la figure < 2.12 >. Elles montrent clairement l'influence de la teneur en eau puisque le taux de gélatinisation obtenu à 20 mn est de 57,7 % pour $X = 1,1 \text{ kg/kg (b.s.)}$ alors qu'il atteint seulement 35,3 % pour $X = 0,9 \text{ kg/kg (b.s.)}$ (une certaine incertitude des résultats apparaît cependant au niveau des résultats expérimentaux pour $X = 0,9 \text{ kg/kg (b.s.)}$). Toutefois, on observe que le phénomène est très rapide; au bout de 5 mn, les taux de gélatinisation obtenus représentent 70 et 80 % du taux final respectivement pour $X = 0,9$ et $1,1 \text{ kg/kg (b.s.)}$, tandis qu'après 10 mn, 90 % de la réaction est achevée. Le taux de gélatinisation nettement inférieur à 100 % est lié au faible niveau de température imposé.

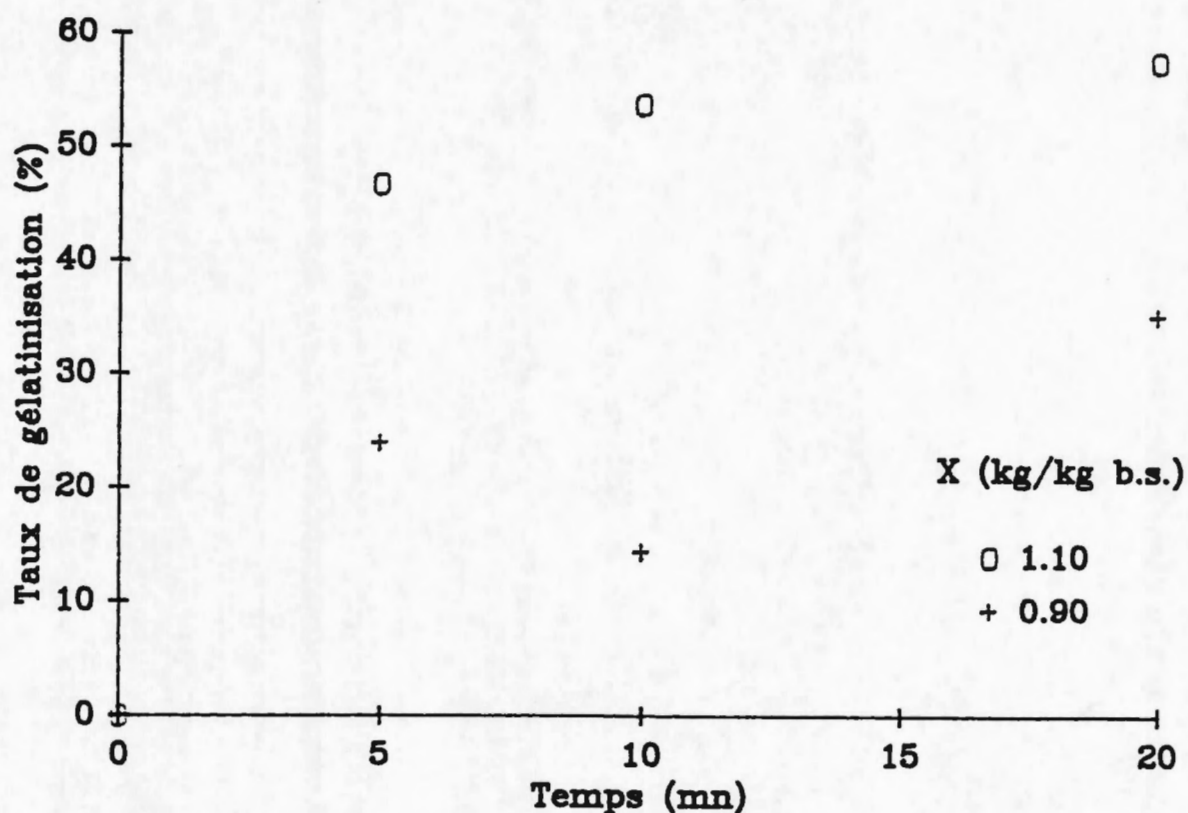


Figure < 2.12 > : Cinétiques expérimentales de gélatinisation de la pulpe de manioc à une température de 70 °C.

Détermination des constantes de réaction :

La méthode décrite au paragraphe /2.3.1.1./ nous a permis de déterminer des ordres de réaction apparents pour la gélatinisation. On constate que cet ordre de réaction empirique diminue au fur et à mesure que la teneur en eau du produit décroît. Néanmoins, on peut distinguer 3 domaines d'humidité pour lesquels l'ordre de réaction peut être considéré comme constant :

Domaine de teneur en eau	Ordre de réaction α
$0,80 < X \leq 1,20$	2,0
$0,45 < X \leq 0,80$	1,5
$0,30 \leq X \leq 0,45$	1,0

Ces valeurs des ordres de réaction peuvent s'expliquer par le fait qu'aux très faibles teneurs en eau la gélatinisation s'effectue principalement sous l'effet de la température

(faible action de l'eau) tandis que lorsque l'on se rapproche des conditions d'excès d'eau (50 % (b.h.)), l'eau agit pratiquement en tant que constituant de la réaction.

Les diagrammes d'Arrhénius illustrant les courbes $\ln(k)$ en fonction de $1/T$ obtenues à l'aide des ordres de réactions estimés, sont présentés aux figures < 2.13 > et < 2.14 >. Les coefficients de corrélations des droites de régression sont toujours supérieurs à 0,94. Les énergies d'activation apparentes E_A calculées à partir des pentes de ces droites sont rassemblées dans le tableau [2.3]. La valeur de la constante des gaz parfaits R a été prise à 8,314 J/molK. Les énergies d'activations obtenues pour $X > 1$ kg/kg (b.s.) sont supérieures à la valeur de 92 kJ/mol proposée par SHIOTSUBO (1984) pour l'amidon de pomme de terre à une humidité de 91,4 % (b.h.). D'autre part par la méthode d'A.E.D en conditions isothermes, LUND et al. (1984) trouvent une valeur de 105 kJ/mol pour l'amidon de riz, qui est plus proche de celles présentées dans le tableau [2.3]; ces auteurs précisent en outre que les énergies d'activations mesurées par A.E.D. dans des conditions isothermes sont toujours inférieures à celles obtenues par une méthode dynamique, ce qui va dans le sens des plus fortes valeurs observées pour la pulpe de manioc.

Tableau [2.3] : Energies d'activation apparentes de la réaction de gélatinisation en fonction du niveau d'hydratation .

Teneur en eau, X (kg/kg (b.s.))	Energie d'activation, E_A (kJ/mol)
0,30	$143,6 \pm 5,5$
0,45	$88,4 \pm 6,4$
0,65	$105,5 \pm 16,1$
0,80	$113,2 \pm 10,7$
0,90	$163,3 \pm 14,4$
1,00	$121,2 \pm 8,6$
1,10	$113,3 \pm 13,2$
1,20	$126,0 \pm 10,7$

La forme de l'équation cinétique choisie ne nous permet pas de déterminer le taux de gélatinisation réel en fonction du temps, mais on détermine simplement l'allure de la cinétique de gélatinisation. En effet, il ne faut pas perdre de vue que le degré de gélatinisation qu'il est possible d'atteindre en fin de réaction est limité par les conditions de température et d'hydratation imposées. Ceci est clairement indiqué par les cinétiques expérimentales présentées précédemment (figure < 2.12 >). Par conséquent, la cinétique du phénomène ne pourra être déterminée correctement qu'en effectuant des expériences en isotherme à différents niveaux d'hydratation, du type de celle que nous avons effectué à 70 °C pour $X = 0,9$ et $X = 1,1$ kg/kg (b.s.).

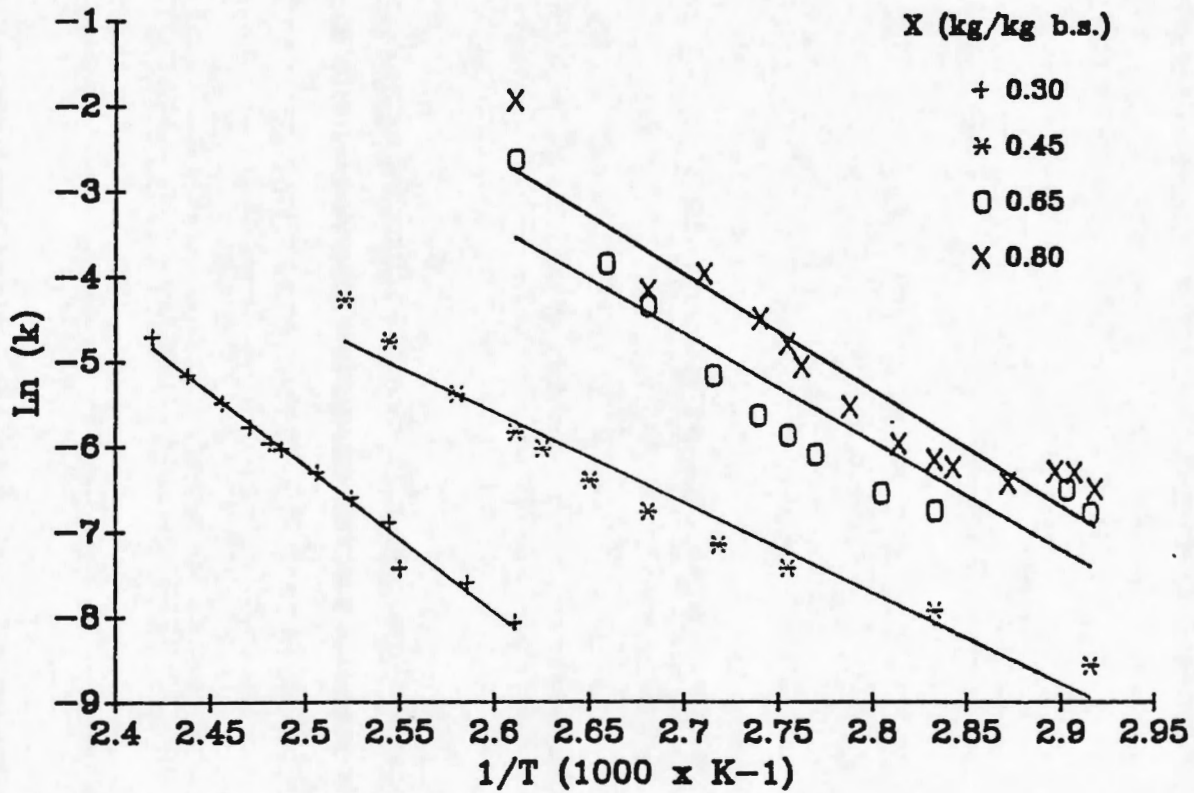


Figure < 2.13 > : Diagrammes d'Arrhénius de la réaction de gélatinisation
 $0,3 \text{ kg/kg (b.s.)} \leq X \leq 0,8 \text{ kg/kg (b.s.)}$

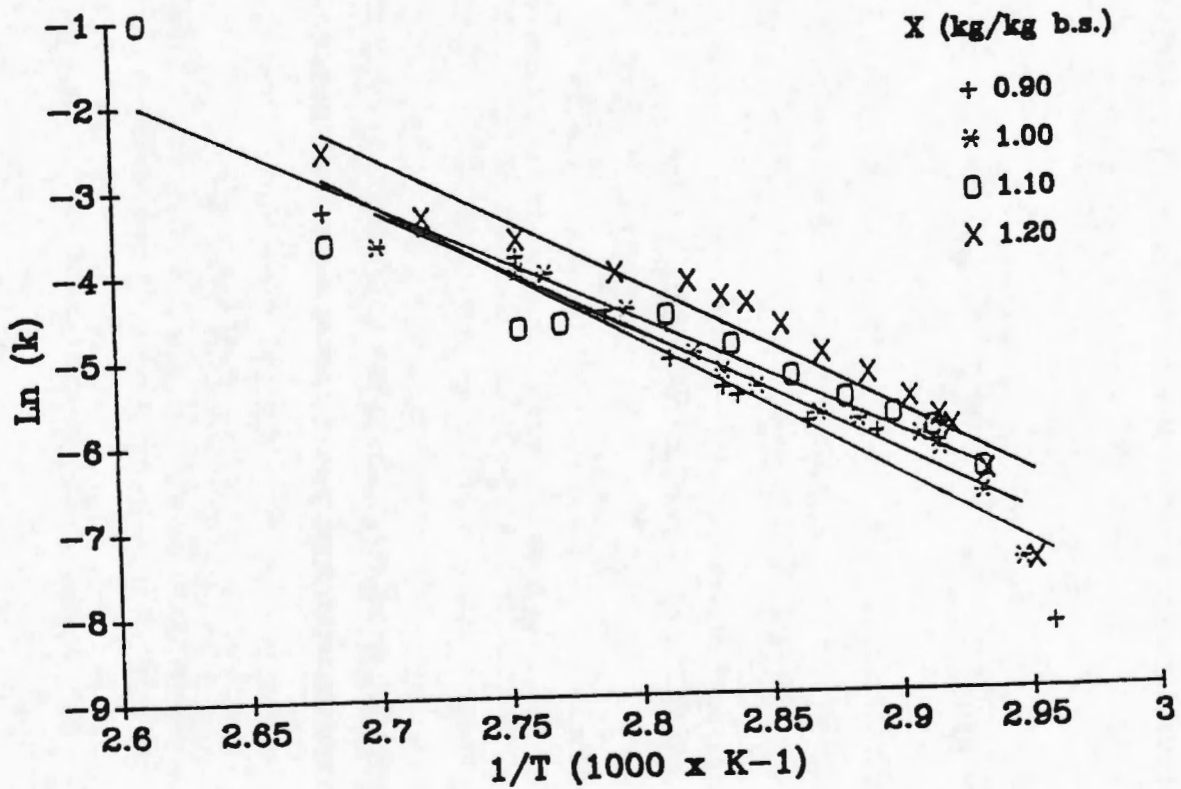


Figure < 2.14 > : Diagrammes d'Arrhénius de la réaction de gélatinisation
 $0,8 \text{ kg/kg (b.s.)} < X \leq 1,2 \text{ kg/kg (b.s.)}$

2.4. CONCLUSIONS

En ce qui concerne l'opération de cuisson-séchage de la pulpe de manioc, il apparaît nettement que la température et la teneur en eau du produit vont être des facteurs limitants pour le taux de gélatinisation final du gari. La cinétique de gélatinisation est rapide dès lors que la température excède la température de transition vitreuse. Par conséquent, le taux de gélatinisation devrait augmenter fortement en début d'opération pour se stabiliser ensuite en raison de l'évaporation progressive de l'eau. La vitesse d'évolution de la température au cours de la cuisson sera également un paramètre important dans la mesure où la cinétique de chauffe affecte les conditions de relaxation de la structure de l'amidon. Enfin, il faut souligner à nouveau que le phénomène dans son ensemble aura probablement une reproductibilité médiocre due à la complexité des phénomènes physico-chimiques mis en jeu.

CHAPITRE 3

PROPRIETES THERMODYNAMIQUES DE LA PULPE DE MANIOC

3. PROPRIETES THERMODYNAMIQUES DE LA PULPE DE MANIOC

3.1. GENERALITES SUR LE PHENOMENE DE SORPTION

3.1.1. L'activité de l'eau

La plus ou moins grande disponibilité de l'eau d'un matériau est caractérisée par une grandeur adimensionnelle, appelée activité de l'eau et notée a_w . Pour une température déterminée, elle est définie comme la réduction de pression partielle de vapeur d'eau au voisinage du produit :

$$a_w = \frac{P_v}{P_{sat}} \quad (3-1)$$

où P_v est la pression partielle de vapeur d'eau exercée par le produit,
 P_{sat} est la pression de vapeur saturante de l'eau à la même température.

A l'équilibre thermodynamique, l'activité de l'eau est égale à l'humidité relative de l'air environnant le produit.

Dans le domaine alimentaire, le développement des micro-organismes est directement lié à l'activité de l'eau. CHEFTEL et al. (1978) indiquent que l'optimum de croissance se situe à des activités de l'eau variant entre 0,92 et 0,99.

3.1.2. Les isothermes de sorption

Les isothermes de sorption sont les courbes d'équilibre reliant la teneur en eau d'un produit et l'humidité relative de l'atmosphère qui l'entoure, à une température donnée. Ces courbes sont caractéristiques du produit puisqu'elles traduisent les liaisons internes chimiques et physiques de l'eau et de la matière sèche.

La teneur en eau d'équilibre obtenue pour une humidité relative de 100 % ($a_w = 1$) est l'humidité de saturation encore appelée limite hygroscopique. Pour l'amidon, elle varie en général entre 25 et 35 % (b.h.) (HAINE, 1986 ; DUPRAT et al., 1980).

Les isothermes de sorption peuvent être obtenus soit par adsorption (X croissant) ou par désorption (X décroissant). Pour de nombreux produits alimentaires, ces deux manières de procéder donnent des courbes d'équilibre différentes. Ainsi, on observe que pour une activité de l'eau donnée, la teneur en eau d'équilibre en adsorption est inférieure à celle mesurée par désorption (voir figure < 3.1 >). Ce phénomène est appelé hystérésis de sorption. Suivant le cas, il peut se produire dans tout le domaine d'activité de l'eau (IGLESIAS et CHIRIFE, 1976a) où seulement dans une gamme réduite d'humidités relatives (HAINE, 1986).

Les isothermes de sorption présentent un intérêt majeur dans le cadre du séchage. En effet, pour des conditions de température de produit et d'humidité relative de l'air fixées, la teneur en eau qu'il sera possible d'atteindre en fin de séchage ne pourra être inférieure à l'humidité d'équilibre fournie par l'isotherme de désorption. En outre, la réduction de la pression partielle de vapeur d'eau à la surface du produit conduit à une plus faible différence de pression de vapeur à travers la couche limite, ce qui diminue la vitesse de séchage.

3.1.3. Liaison de l'eau et de la matière sèche

Suivant l'intensité de ses liaisons avec la matière sèche, l'eau contenue dans un matériau poreux peut être divisée en deux grandes catégories (voir figure < 3.2 >) :

- l'eau non liée, où eau superficielle, qui occupe les macropores du produit à sa surface externe. Cette eau existe au delà de la limite hygroscopique et exerce donc une pression partielle de vapeur proche de celle de la vapeur saturante ($0,9 < a_w \leq 1$),
- l'eau liée, qui correspond à l'eau adsorbée à la surface interne des pores du matériau. Cette eau est retenue soit par physisorption (constitution de couches de molécules), soit par capillarité dans les pores fins, soit enfin par liaison chimique (eau de

Les isothermes de sorption, qui concernent essentiellement l'eau liée du produit, sont généralement décomposés en deux domaines :

- une première région où l'eau est fortement liée à la matrice solide, et s'organise sous la forme d'une couche monomoléculaire, fixée sur les groupements polaires de certains composés notamment les groupements OH des amidons (CHEFTEL et al, 1978). Celle-ci correspond généralement à des activités de l'eau inférieures à 0,1 - 0,2.

Cette partie de l'isotherme peut être décrite mathématiquement par la théorie de LANGMUIR (1916) qui conduit à l'équation analytique suivante :

$$\frac{X}{X_m} = \frac{C_1 P}{1 + C_1 P} \quad (3-2)$$

- où X_m est la quantité d'eau correspondant à la formation d'une couche moléculaire, C_1 une constante dépendant de la chaleur d'adsorption et de la température.

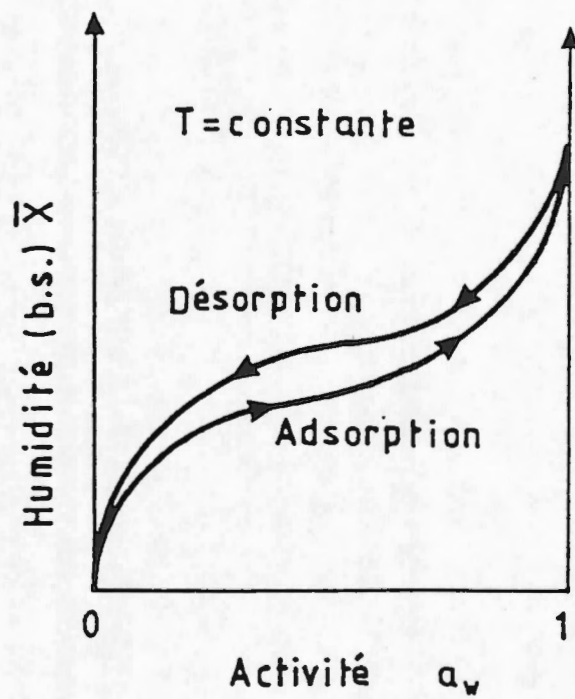


Figure < 3.1 > : Hystérésis de sorption.

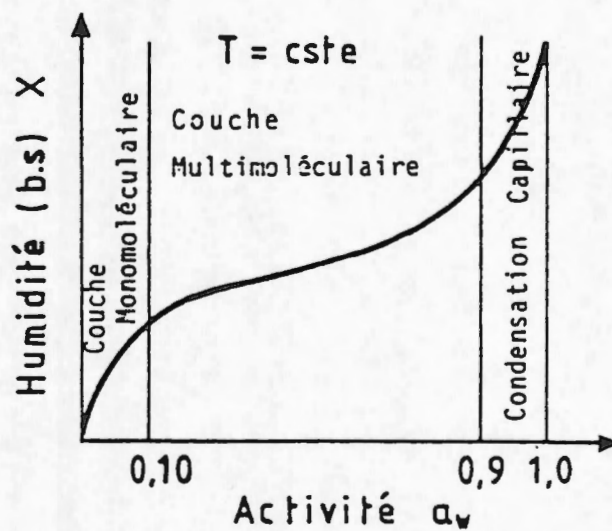


Figure < 3.2 > : Isotherme de sorption - Interprétation en fonction des différents types de liaisons de l'eau avec la matière sèche.

- un domaine où les molécules d'eau sont moins fortement liées ($0,1 < a_w < 0,9$) et disposées sous la forme de couches successives fixées par des liaisons de type liaisons hydrogène. Dans cette région de l'isotherme, le modèle le plus largement utilisé est le modèle G.A.B., dérivé de l'ancien modèle BET (BRUNAUER et al., 1938). Selon BIZOT (1983), l'équation du modèle G.A.B. peut être exprimée sous la forme suivante :

$$\frac{a_w}{X} = A_1 a_w^2 + A_2 a_w + A_3 \quad (3-3)$$

avec :

$$A_1 = \frac{K}{X_m} \left(\frac{1}{C} - 1 \right)$$

$$A_2 = \frac{1}{X_m} \left(1 - \frac{2}{C} \right)$$

$$A_3 = \frac{1}{X_m K C}$$

où X_m est la teneur en eau de la couche monomoléculaire (kg eau/kg m.s.),
 $C = C' \exp (\Delta H_T - \Delta H_m) / RT$ est la constante de GUGGENHEIM,
 $K = K' \exp (\Delta H_V - \Delta H_T) / RT$.

ΔH_T , ΔH_m et ΔH_V sont respectivement la chaleur totale de sorption des multicouches, la chaleur de sorption de la monocouche et la chaleur latente de vaporisation de l'eau.

Selon VAN DEN BERG (1985), le modèle G.A.B. est bien adapté pour la description des isothermes de sorption de nombreux produits alimentaires et il s'avère être l'un des plus précis.

3.1.4 Thermodynamique du phénomène de sorption

La désorption d'un produit hygroscopique est un phénomène endothermique, dont l'enthalpie doit être prise en compte dans le bilan énergétique du séchage.

La chaleur totale à fournir pour évaporer l'eau liée hygroscopiquement ΔH_T est la somme de la chaleur latente d'évaporation de l'eau pure ΔH_V et de la chaleur nette de désorption de ΔH_{des} .

La chaleur latente de l'eau pure s'exprime grâce à la relation de CLAPEYRON :

$$\Delta H_V = - \frac{R}{M_e} \frac{d(\ln P_{sat})}{d\left[\frac{1}{T}\right]} \quad (3-4)$$

où R est la constante des gaz parfaits (J/mol K)

M_e est la masse molaire de l'eau pure (kg/ kmol)

De manière analogue, cette relation s'applique à l'eau sorbée sous une pression partielle de vapeur P_v :

$$\Delta H_T = - \frac{R}{M_e} \frac{d(\ln P_v)}{d\left[\frac{1}{T}\right]} \quad (3-5)$$

Si l'on soustrait ces deux équations membre à membre, on obtient la relation suivante :

$$\Delta H_T - \Delta H_V = \Delta H_{des} = - \frac{R}{M_e} \frac{d\left[\ln\left(\frac{P_v}{P_{sat}}\right)\right]}{d\left[\frac{1}{T}\right]} \quad (3-6)$$

Cette équation, appelée relation de CLAUSIUS-CLAPEYRON, s'écrit de la manière suivante :

$$\left[\frac{d(\ln a_w)}{d\left[\frac{1}{T}\right]} \right]_{x=cte} = - \frac{M_e}{R} \Delta H_{des} \quad (3-7)$$

où ΔH_{des} est la valeur absolue de la chaleur nette de désorption.

Cette relation permet de calculer ΔH_{des} à partir des isothermes de sorption expérimentales. En effet, si l'on trace les courbes $\ln(a_w) = f(1/T)$ pour $X =$ constante (isostères), et que l'on assimile ces courbes à des droites, ΔH_{des} peut être obtenu grâce à la formule suivante :

$$\Delta H_{des}(X) = \frac{R}{M_e} p(X) \quad (3-8)$$

où $p(X)$ est la pente des droites isostères.

En terme de séchage, on utilise la valeur moyenne de la chaleur nette de sorption, appelée chaleur intégrale de sorption. Entre deux humidités X_0 et X_f , correspondant respectivement aux humidités initiale et finale de séchage, celle-ci est définie par la formule suivante :

$$\overline{\Delta H}_{des} = \frac{1}{X_0 - X_f} \int_{X_f}^{X_0} \Delta H_{des} dX \quad (3-9)$$

3.2. DÉTERMINATION EXPÉRIMENTALE DES ISOTHERMES DE DÉSORPTION DE LA PULPE DE MANIOC

3.2.1. Matériels et méthodes

Le principe d'établissement des isothermes de sorption, consiste à maintenir un échantillon de produit sous une pression partielle de vapeur d'eau à une température fixée jusqu'à obtention de l'équilibre thermodynamique. L'équilibre est théoriquement atteint, lorsque l'on n'observe plus de variation significative de masse de l'échantillon. Néanmoins, le C.O.S.T. (European Cooperation in the Field of Science and Technical Research) a fixé le temps d'équilibration à 7 jours pour $a_w < 0,6$ et 14 jours pour $a_w > 0,6$ (WOLF et al., 1985).

En pratique, l'échantillon est placé dans une enceinte thermostatée, hermétique, dans laquelle l'humidité relative est imposée au moyen de solutions salines saturées ou de solutions d'acide sulfurique.

Dans le cadre de ce travail, nous avons choisi d'utiliser des solutions d'acide pour deux raisons majeures :

- tout d'abord, il est facile d'obtenir différentes valeurs de l'humidité relative en ajustant la concentration d'acide,
- ensuite, les pressions partielles de vapeur sont connues avec une plus grande précision en fonction de la température et de la concentration.

En revanche, l'inconvénient est précisément que la pression partielle de vapeur varie de manière continue avec la concentration, et qu'elle peut donc être modifiée par l'eau provenant de l'échantillon solide. Pour surmonter cette difficulté, un volume important de solution (250 ml) a été employé, autorisant une variation maximale de concentration

inférieure à 1 % pour des échantillons de 3 g. Après chaque expérimentation, la densité de la solution a été contrôlée et l'écart maximal observé n'a été que de 0,3 %.

Les expériences ont été réalisées avec de la pulpe de manioc native, pour différentes températures allant de 40 à 90°C et sur de la pulpe gélatinisée à une température de

Pour la pulpe native, il était impératif d'empêcher toute gélatinisation de l'amidon durant la manipulation. A l'humidité initiale de la pulpe (environ 50 % (b.h.)) la température de début de gélatinisation se situe autour de 60°C. La pulpe a donc préalablement été déshydratée sous vide à 40°C jusqu'à une teneur en eau de 40 % (b.h.). A ce niveau d'hydratation la température de gélatinisation s'élève à 95°C (VAN DEN BERG, 1981).

La pulpe gélatinisée a été préparée par cuisson à la vapeur de la pulpe native pendant 70 mn. Le taux de gélatinisation mesurée grâce à une méthode enzymatique décrite plus loin était de 96 %.

Enfin, pour éviter toute contamination éventuelle du produit par des micro-organismes, notamment aux fortes activités de l'eau, de l'azide de sodium a été ajouté à la pulpe dans une proportion massique de 0,25 %.

Pour chaque expérience, deux échantillons d'environ 3 g de produit ont été introduits dans des bocaux en verre rendus hermétiques au moyen d'un joint en caoutchouc (bocaux à conserve) et contenant la solution d'acide.

Neuf solutions correspondant à 9 valeurs de l'humidité relative ont été préparées en diluant de l'acide sulfurique concentré à 96 % et en ajustant la densité à la valeur convenable à température ambiante. La valeur de l'humidité relative exercée au-dessus de la solution à la température des expériences a été tirée de PERRY(1984).

Les bocaux, préparés en double, ont été mis à équilibrer dans une étuve thermostatée et ventilée assurant une précision de $\pm 1^\circ\text{C}$.

Après équilibration, les flacons à col rodé contenant les échantillons ont été mis à refroidir dans un dessiccateur contenant du P_2O_5 . La condensation inévitable due à la brusque diminution de température a été négligée. La teneur en eau d'équilibre a été mesurée par pesée avant et après étuvage à 105°C durant 24 h.

3.2.2. Résultats et discussion

Les isothermes de désorption de la pulpe native sont présentés à la figure < 3.3 > pour les différentes températures étudiées (40, 60, 75 et 90°C). Conformément à la classification de BRUNAUER et al. (1938), les isothermes obtenus sont de type II. Selon AGUERRE et al. (1989), ce type est généralement observé pour les amidons et les milieux faiblement poreux. On constate qu'à teneur en eau constante, l'activité

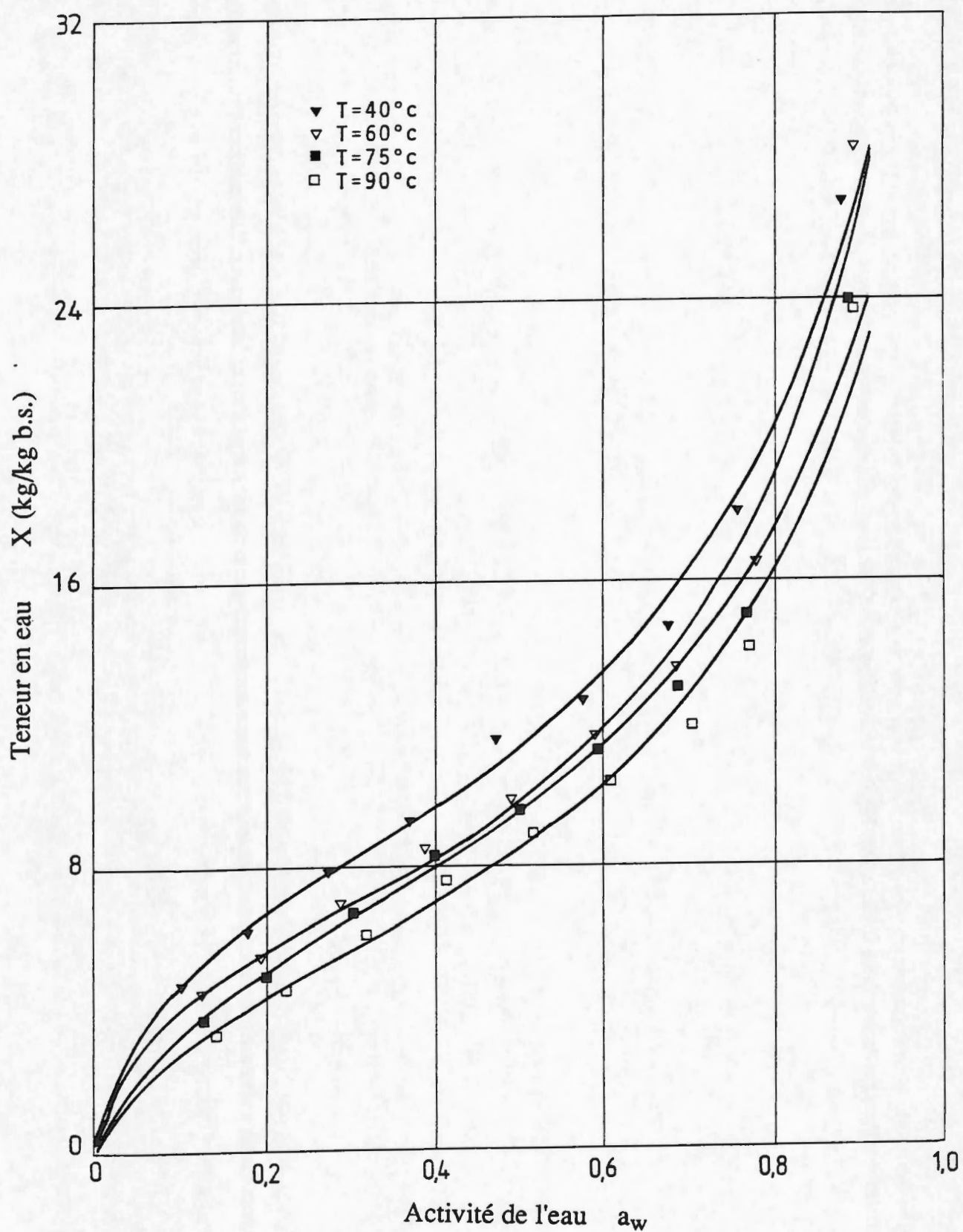


Figure < 3.3 > : Isothermes de désorption de la pulpe de manioc native à différentes températures.

de l'eau croît avec la température, et, inversement, qu'à activité de l'eau constante la teneur en eau diminue lorsque la température augmente. Ce comportement est parfaitement en accord avec les résultats publiés pour la caseine, l'amidon de blé et l'amidon de pomme de terre, ainsi que l'ont souligné WEISSER (1985) et TOME et BIZOT (1978).

3.2.2.1. Influence de la gélatinisation

L'isotherme de la pulpe native déterminé à 60°C a été comparé aux courbes de désorption obtenues à la même température pour la pulpe gélatinisée et pour du gari, préparé à partir de pulpe fermentée pendant 96 h (AJIBOLA, 1986).

La figure < 3.4 > montre que l'écart entre les courbes 1 et 2 est peu significatif, révélant une faible influence de la gélatinisation. Néanmoins, l'humidité d'équilibre est systématiquement plus élevée pour la pulpe native que pour la pulpe gélatinisée dans le domaine d'activité de l'eau étudié. Ces résultats contredisent les travaux de SCHIERBAUM cités par TOME et BIZOT (1978), qui observe au contraire une plus forte teneur en eau d'équilibre pour l'amidon gélatinisé.

D'après VAN DEN BERG (1975), ce dernier comportement n'est par toujours mis en évidence et BIZOT et al. (1985) ont même montré que la capacité de sorption de l'amidon de pomme de terre natif à 25°C est toujours inférieure à celle de l'amidon gélatinisé (gel lyophilisé à 5 % d'amidon), ce qui va dans le sens de nos résultats. Finalement, il apparaît que la capacité de sorption d'un produit gélatinisé dépend fortement du procédé de préparation.

La différence entre les isothermes de la pulpe gélatinisée et du gari est faible et ne devient significative qu'au delà de $a_w = 0,7$. Cet écart peut s'expliquer par des différences variétales entre les racines de manioc employées, mais également par la différence des méthodes de détermination des isothermes.

La figure < 3.5 > illustre la comparaison entre l'isotherme de désorption de la pulpe native à 40°C et des courbes de désorption proposées par AJIBOLA (1986) pour le gari et par WOLF et al. (1973) pour le tapioca à la température de 45°C. Le tapioca peut être défini simplement comme de l'amidon de manioc gélatinisé et déshydraté.

On note là encore une plus forte capacité de sorption pour la pulpe native que pour les deux autres produits. L'écart plus significatif entre l'isotherme de désorption du tapioca (courbe 3) et les deux autres courbes est certainement dû à la différence entre les températures de désorption, conformément aux prédictions de WEISSER (1985). Enfin, une comparaison rapide des figures < 3.4 > et < 3.5 > montre que le faible écart entre les courbes de la pulpe native et des produits gélatinisés devient d'autant plus marquée que la température est élevée.

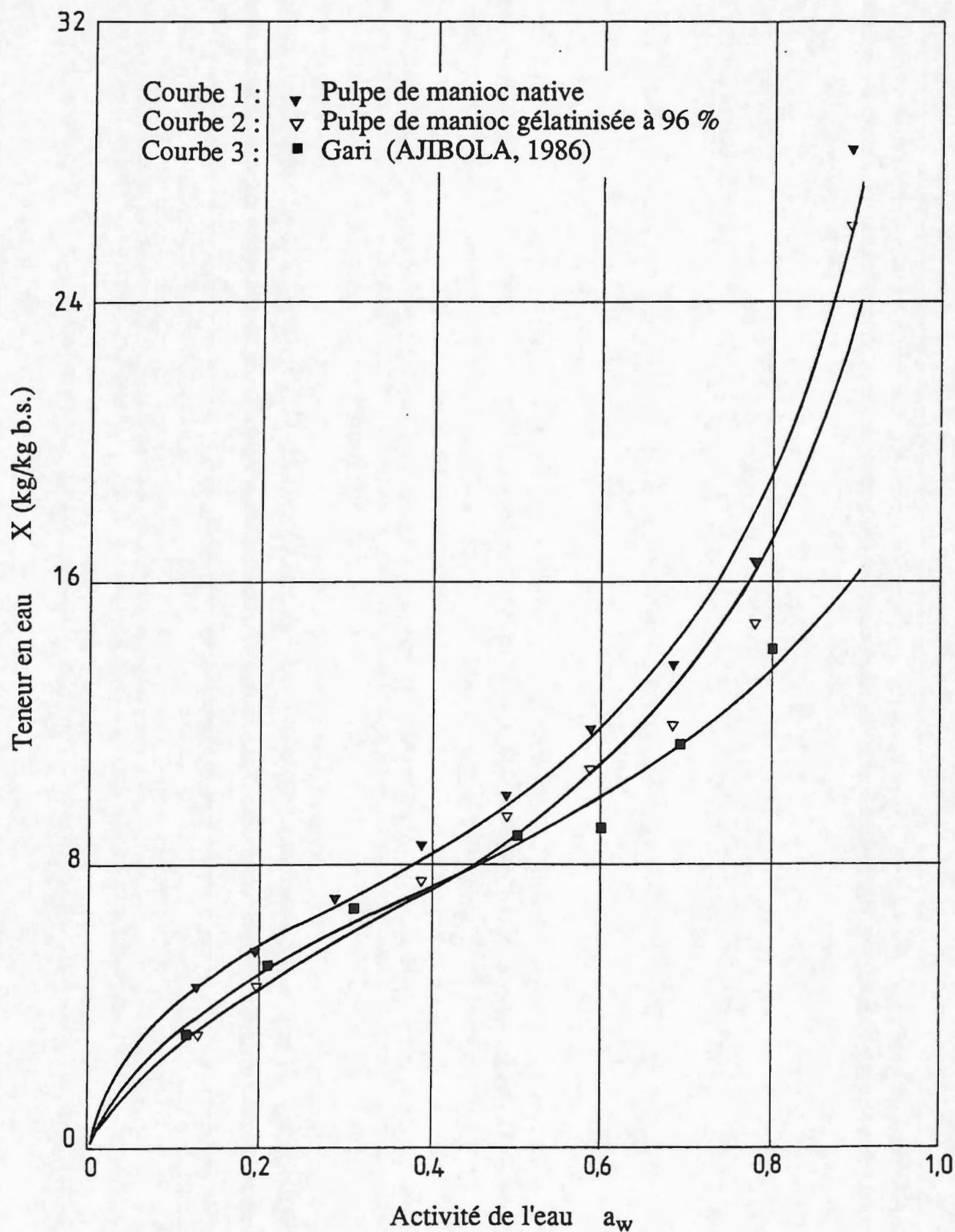


Figure < 3.4 > : Comparaison des isothermes de désorption de la pulpe de manioc native, de la pulpe de manioc gélatinisée à 96 % et du gari à 60 °C.

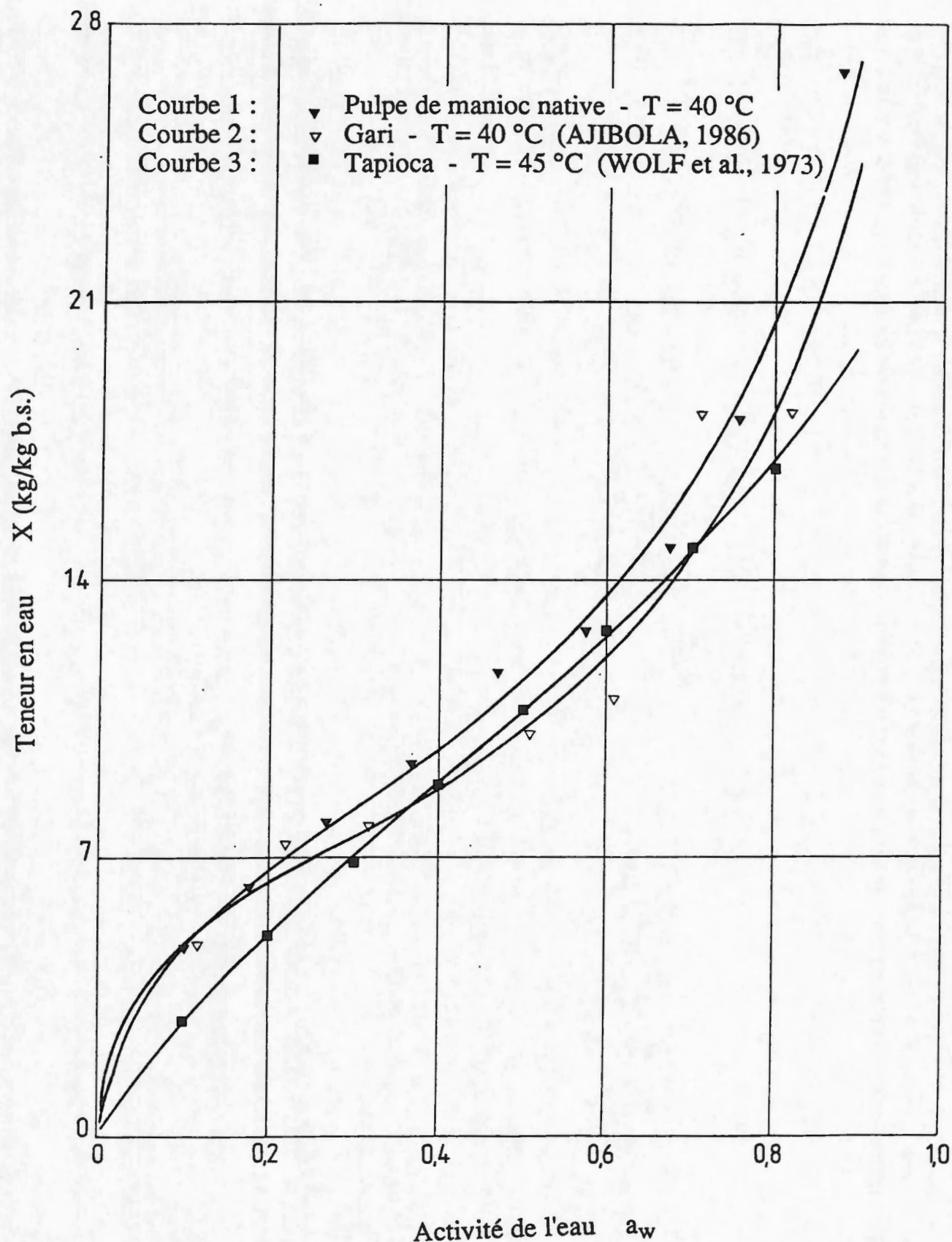


Figure < 3.5 > : Comparaison des isothermes de désorption de la pulpe de manioc native, du tapioca et du gari.

3.2.2.2. Corrélation des résultats expérimentaux

Les données expérimentales ont été corrélées grâce au modèle classique G.A.B. (cf équ. (3-3)). VAN DEN BERG (1975) et plus récemment BIZOT (1981) ont montré que la forme sigmoïdale de l'isotherme pouvait être décrite très précisément par le modèle G.A.B. pour des activités de l'eau allant jusqu'à 0,9 -0,95.

Les coefficients A_1 , A_2 et A_3 du modèle (cf équation (3-3)), ont été déterminés pour chaque température grâce à une méthode de régression non linéaire. La précision de la régression est donnée par l'erreur quadratique moyenne (E.Q.M.) définie par la formule suivante :

$$E.Q.M. = \sqrt{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \left(\frac{X_{ex,i} - X_{cal,i}}{X_{ex,i}} \right)^2} \quad (3-10)$$

Le tableau [3.1] rassemble les valeurs des coefficients A_1 , A_2 et A_3 obtenues par régression ainsi que l'erreur quadratique moyenne.

Tableau [3.1] : Coefficients de régression non linéaire calculés et leurs écarts types.

T (°C)	A_1 10	A_2 10	A_3 100	E.Q.M.
40	$-1,05 \pm 0,11$	$1,19 \pm 0,11$	$1,03 \pm 0,23$	3,7 %
60	$-1,35 \pm 0,15$	$1,46 \pm 0,15$	$1,14 \pm 0,32$	4,7 %
75	$-1,10 \pm 0,16$	$1,21 \pm 0,16$	$1,93 \pm 0,35$	4,5 %
90	$-1,27 \pm 0,20$	$1,32 \pm 0,21$	$2,44 \pm 0,48$	5,2 %

Cette dernière est toujours inférieure à 5,2 %, ce qui confirme la bonne adéquation du modèle pour la description de ces isothermes.

Le tableau [3.2] rassemble les valeurs des constantes du modèle G.A.B. Celles-ci suivent une évolution en fonction de la température en accord approximatif avec la théorie de la sorption (WEISSER, 1985). En outre, les valeurs de X_m calculées sont proches de celles publiées par IGLESIAS et CHIRIFE (1976b) pour l'amidon et le tapioca.

Tableau [3.2] : Valeurs des constantes du modèle GAB

T (°C)	X _m	C	K
40	8,08	13,09	0,918
60	6,60	13,83	0,961
75	7,66	6,85	0,987
90	6,89	5,57	1,067

3.3. DETERMINATION DE L'ENTHALPIE DE DESORPTION

La détermination de la chaleur différentielle de désorption a été effectuée conformément à la méthode décrite au paragraphe /3.1.4./. Les courbes isostères $\ln(a_w) = f(1/T)$ sont présentées à la figure < 3.6 >.

Les pentes des droites expérimentales ont été estimées par régression linéaire. Le calcul des ΔH_{des} a été effectué en utilisant une valeur de 0,462 kJ/kg pour le rapport R/M_e .

Les résultats obtenus aux différentes teneurs en eau sont donnés dans le tableau [3.3].

Tableau [3.3] : Chaleur différentielle de désorption de la pulpe de manioc à différentes teneurs en eau

Teneur en eau, X (% (b.s.))	Enthalpie de désorption, ΔH_{des} (kJ/kg)
4,0	902,0 ± 82
8,0	485,7 ± 61
12,0	235,9 ± 27
16,0	145,6 ± 4
20,0	103,7 ± 9
24,0	80,2 ± 18

Conformément à la théorie de la sorption, ΔH_{des} augmente d'autant plus rapidement que la teneur en eau diminue.

Une analyse par régression non linéaire, nous a permis d'établir la corrélation suivante :

$$\Delta H_{des} = 11,46 X^{-1,40} \quad (3-11)$$

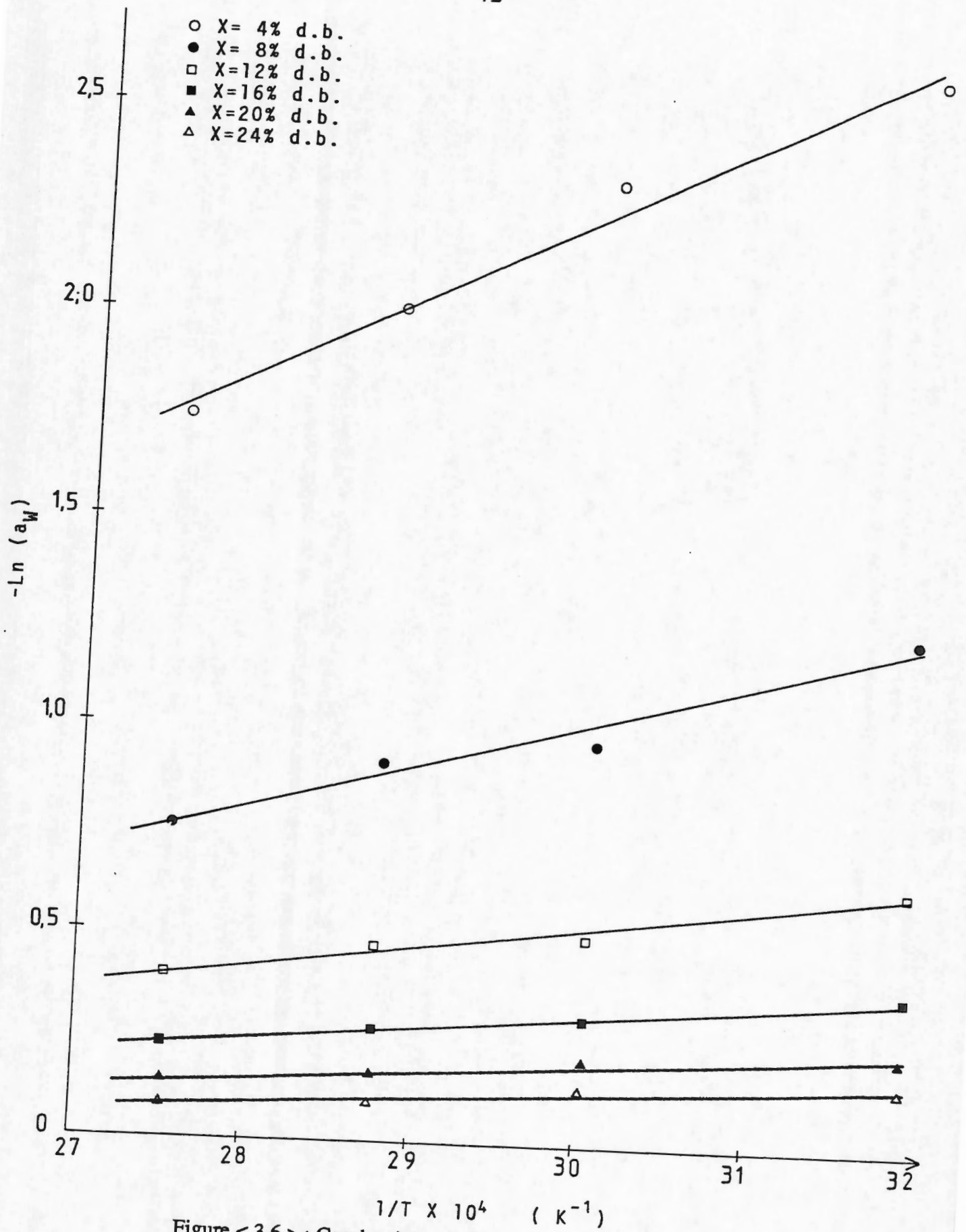


Figure < 3.6 > : Courbes isostères $\text{Ln}(a_w)$ en fonction de $1/T$.

On constate par ailleurs que les valeurs calculées sont inférieures à celles proposées par STAMATOPOULOS (1986) pour les pâtes de blé dur et par ZAFIROPOULOS (1987) pour les pâtes à base de maïs (figure < 3.7 >).

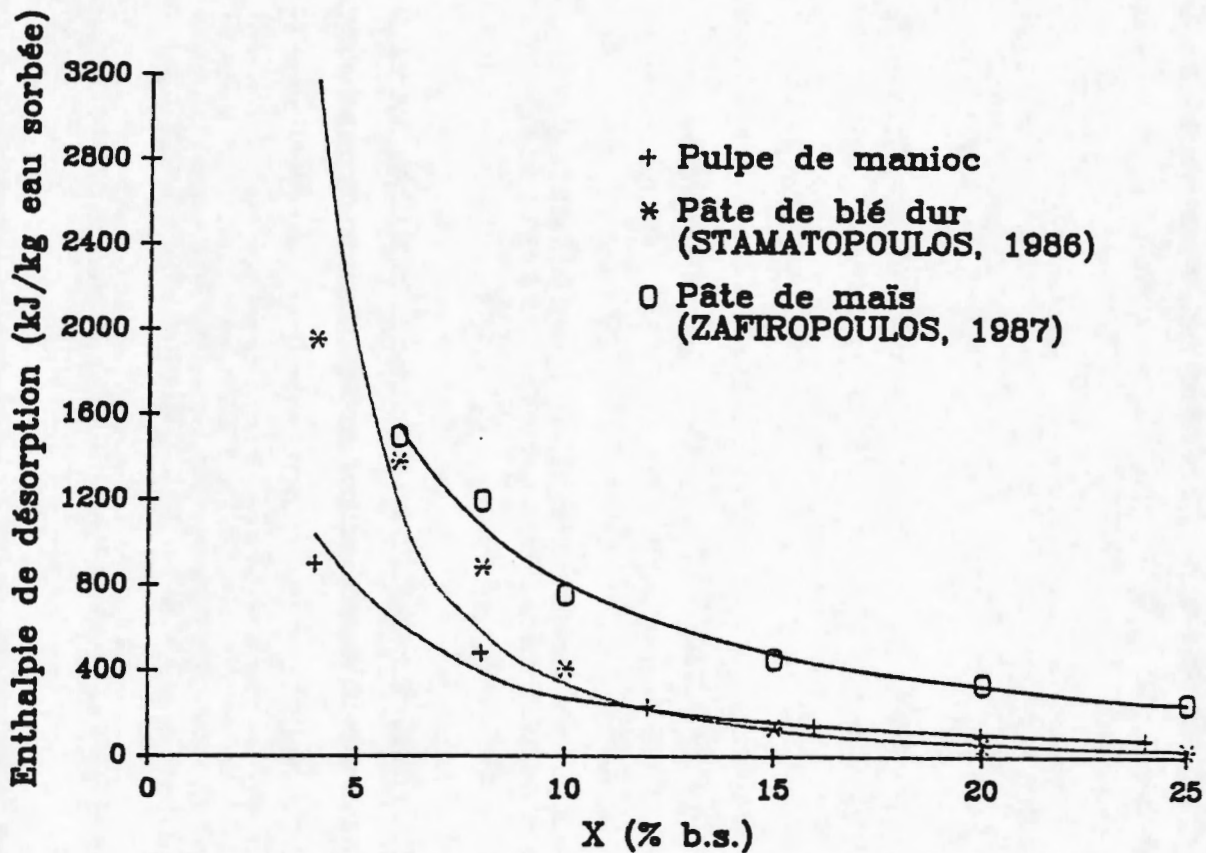


Figure < 3.7 > : Comparaison des enthalpies de désorption de la pulpe de manioc, des pâtes de blé dur et des pâtes à base de maïs.

Pour une teneur en eau de 12 % (b.h.), qui est l'humidité habituellement recherchée en fin de séchage, l'enthalpie de désorption de la pulpe de manioc ($\Delta H_{des} = 190 \text{ kJ/kg}$) ne représente que 8 % de la chaleur latente de vaporisation de l'eau pure. En outre, la chaleur intégrale de sorption, calculée à l'aide de l'équation (3-9) entre $X_0 = 50 \text{ % (b.h.)}$ et $X_f = 12 \text{ % (b.h.)}$, est de 53,5 kJ/kg ce qui ne représente plus que 2,3 % de la chaleur latente d'évaporation.

Tous ces résultats montrent clairement que l'enthalpie de désorption de la pulpe de manioc pourra raisonnablement être négligée dans le bilan énergétique du séchage.

CHAPITRE 4

PROPRIETES INTRINSEQUES

DE LA PULPE DE MANIOC ET DU GARI

4. PROPRIETES PHYSIQUES DE LA PULPE DE MANIOC ET DU GARI

4.1. INTRODUCTION

L'absence de données fiables sur les propriétés physiques de la pulpe de manioc et du gari dans la littérature, nous a amené à déterminer nous-mêmes certaines de ces propriétés nécessaires pour modéliser le séchage. Avant d'aborder en détail chacune des propriétés étudiées, nous allons présenter les méthodes expérimentales de préparation des produits et de détermination de la teneur en eau, qui ont servi tout au long de ces travaux.

4.1.1. Préparation de la pulpe de manioc

La pulpe de manioc utilisée a été préparée à partir de racines fraîches (variété 312/524), importées du Cameroun par fret aérien. Les racines ont été transformées en pulpe dès leur réception en suivant le procédé traditionnel : râpage, fermentation en bacs aux conditions ambiantes (20°C, 60 % HR), pressage, et émiettage. L'utilisation d'équipements industriels * nous a permis d'obtenir une pulpe ayant les caractéristiques régulières suivantes : diamètre des particules inférieur à 2 mm, teneur en eau proche de 1 kg d'eau/kg m.s., pH variant entre 4,2 et 4,4. La pulpe a été ensuite ensachée sous vide en sacs de polyéthylène et stockée au froid à + 4°C. Cette méthode de conservation permet à la fois de ralentir la réaction de fermentation et d'assurer une bonne homogénéité de l'humidité dans le produit. Ce produit a été utilisé pour les différentes manipulations au maximum pendant 1 mois.

L'amidon de manioc employé pour les mesures de chaleurs massiques, a été extrait par décantation des jus de pressages. Il a ensuite été séché sous vide à 40°C, puis totalement déshydraté dans un dessiccateur contenant P₂O₅.

4.1.2. Préparation du gari

Le gari employé a été fourni par l'unité pilote de transformation de manioc située au Togo. Ce produit est fabriqué à l'aide d'équipements identiques à ceux utilisés au CEEMAT. Néanmoins, l'opération de cuisson-séchage n'ayant pas été mécanisée, le gari employé a été cuit et séché selon le procédé traditionnel décrit au chapitre 1.

4.1.3. Mesure de la teneur en eau

Le dosage de la teneur en eau a été réalisé conformément à la norme AFNOR NF V 03-602. La mesure du poids sec a été effectuée par déshydratation en atmosphère normale durant 1 h 30 dans une enceinte thermorégulée et ventilée à 130°C. Cette méthode donne des teneurs en eau inférieures en valeur absolue de 0,15 à 0,25 kg/kg par rapport à la méthode de référence (NF V 03-601).

4.2. PROPRIETES INTRINSEQUES DE LA PULPE DE MANIOC ET DU GARI

4.2.1. Matériel et méthodes

4.2.1.1. Granulométrie

La granulométrie moyenne ainsi que la répartition granulaire ont été déterminées par tamisage à l'aide d'un vibreur Rotexchoc. Pour chaque produit, 5 échantillons de 100 g environ ont été passés à travers un jeu de 7 tamis, la dimension de la maille s'échelonnant de 200 à 2000 μm .

Chaque lot a été agité pendant 5 mn à 180 t/mn avec une amplitude de 30 mm. Le gari avait une teneur en eau d'équilibre de 8,5 % (b.h.). La pulpe humide a été déshydratée partiellement dans une enceinte sous vide à 40°C, puis laissée 48 h en atmosphère ambiante. Son humidité était de 11 % (b.h.) environ.

Le diamètre moyen pondéré des grains a été calculé grâce à la formule suivante :

$$d_p = \frac{\sum_{i=1}^n m_i d_i}{\sum_{i=1}^n m_i} \quad (4-1)$$

où m_i est la masse du produit de la fraction i
 d_i est le diamètre moyen des grains de cette même fraction.

La valeur d_{50} est définie comme étant le diamètre pour lequel 50 % de la masse de l'échantillon est tamisée.

4.2.1.2. Masses volumiques

Masse volumique réelle

La masse volumique réelle notée ρ_p a été mesurée par la méthode du pycnomètre à 25°C, qui est reconnue comme la plus précise. Le pycnomètre est un flacon en verre muni d'un capillaire fin, dont le volume V_1 est connu avec précision. Une masse m_p de produit est introduite dans le pycnomètre puis une première pesée est effectuée donnant une masse m_1 . Le flacon est ensuite rempli d'un liquide de densité connue ρ_{liq} et l'ensemble est à nouveau pesé (masse m_2).

La masse volumique réelle est calculée simplement par la relation suivante :

$$\rho_p = \frac{m_p}{V_p} \quad (4-2)$$

avec

$$V_p = V_1 - \frac{m_1 - m_2}{\rho_{liq}}$$

Le liquide de remplissage utilisé était du toluène, dont la densité à 25°C est 0,863, et qui assure une bonne mouillabilité du produit.

Pour l'amidon, ce solvant fournit des valeurs de ρ_p inférieures à l'eau et au méthanol (HAINE, 1986), mais permet de s'affranchir des problèmes d'interaction solvant-

Chaque mesure a fait l'objet de 3 déterminations, sur des échantillons de 3 g environ dans un pycnomètre de 25 ml. Une attention particulière a été portée au dégazage liminaire du produit, qui a été réalisé sous vide partiel.

La masse volumique réelle a été mesurée pour différentes teneurs en eau s'échelonnant de 6 à 52 % (b.h.) pour la pulpe de manioc, et de 5 à 62 % (b.h.) pour le gari.

Le conditionnement en humidité a été effectué par déshydratation partielle sous vide à 40°C durant des intervalles de temps déterminés. Les échantillons ont été ensuite ensachés sous vide et stockés pendant 24 h à + 4°C, pour assurer une bonne homogénéité de l'humidité à l'intérieur du produit.

Le gari a été hydraté jusqu'à environ 65 % (b.h.) par ajout d'eau distillée, avant séchage sous vide. Cette méthode permet de mesurer la masse volumique dans des conditions de désorption et d'éviter toute distorsion liée à l'hystérésis de sorption de l'amidon (IGLESIAS et CHIRIFE, 1976 ; HAINE, 1986).

La masse volumique du gari a également été mesurée pour différentes classes granulaires allant de 200 à 1500 μm à sa teneur en eau d'équilibre avec l'air ambiant.

Masse volumique apparente

La masse volumique apparente ρ_{app} a été déterminée par pesée d'un volume connu de produit. Le volume de référence choisi a été une éprouvette graduée de 100 ml. Avant pesée, le produit a été simplement agité jusqu'à ce que l'on n'observe plus de tassement des grains.

La masse volumique apparente a été mesurée seulement pour le gari, en parallèle avec la masse volumique réelle.

4.2.1.3. Porosité totale

La porosité totale du gari a été calculée à partir des masses volumiques réelles et apparentes. La relation classique suivante a été appliquée :

$$\epsilon_T = 1 - \frac{\rho_{app}}{\rho_p} \quad (4-3)$$

4.2.2. Résultats et discussion

4.2.2.1. Taille des grains et répartition granulaire

La pulpe de manioc et le gari produits à l'aide des équipements industriels possèdent une répartition granulométrique relativement constante. Les courbes de répartition moyennes obtenues à partir de 5 essais de tamisage sont présentées sur la figure < 4.1>.

On observe que les classes granulaires 0-200 μm et 1500 - 2000 μm sont faiblement représentées, puisqu'elles constituent chacune moins de 5 % de la masse totale.

Le diamètre moyen pondéré d_p et la valeur de d_{50} se situent respectivement à $662 \pm 16 \mu\text{m}$ et à $590 \pm 18 \mu\text{m}$ pour la pulpe de manioc, alors qu'ils sont de $691 \pm 23 \mu\text{m}$ et $630 \pm 32 \mu\text{m}$ pour le gari. La taille des grains est donc légèrement supérieure pour le gari. En outre, la courbe de répartition granulométrique du gari reflète une moindre quantité de grains de faible taille (0-200 μm).

En raison du gonflement des grains au cours de la gélatinisation, on aurait pu s'attendre à observer un diamètre nettement plus élevé pour les grains de gari par rapport aux particules de pulpe. Il semble que le séchage par contact intervenant après la gélatinisation produise au contraire un fort retrait des grains, retrait dû au départ d'eau de la matrice déformable. Ce phénomène de réduction de volume des particules a d'ailleurs été mis en évidence par SARACAVOS et al. (1988) pour de l'amidon pur et par STAMATOPOULOS (1986) pour des pâtes de blé dur. Néanmoins, les conditions de cuisson étant très importantes, cette interprétation doit être avancée avec beaucoup de prudence. En outre, cette comparaison n'est valide que pour le niveau d'humidité considéré ; en effet, nous verrons par la suite que l'hydratation a une forte influence sur la taille des grains.

4.2.2.2.Masse volumique réelle

Evolution avec la teneur en eau

Dans le domaine de teneur en eau étudié, les résultats peuvent être décrit par la relation d'additivité des volumes partiels de chaque composant. Elle s'exprime de la façon suivante :

$$\frac{1}{\rho_p} = \sum_{i=1}^n \frac{x_i}{\rho_i} \quad (4-4)$$

où x_i et ρ_i sont respectivement la fraction massique et la masse volumique réelle du composant i .

Une analyse statistique indique que les courbes $1/\rho_p = f(x_e)$, présentées à la figure < 4.2 >, sont des droites dont les équations sont présentées dans le tableau [4.1].

Tableau [4.1] : Equations des droites de régression $1/\rho_p = f(x_e)$ pour la pulpe de manioc et le gari.

Produit	Equation de régression	
Pulpe de manioc	$1 / \rho_p = (3,1 x_e + 6,41) 10^{-4}$	(4-5)
Gari	$1 / \rho_p = (3,1 x_e + 6,85) 10^{-4}$	(4-6)

Les coefficients de corrélation sont dans les deux cas supérieurs à 0,99.

La validité de ces relations est confirmée par la convergence de ρ_p vers la masse volumique de l'eau quand $x_e \rightarrow 1$; les valeurs limites fournies par les équations (4-5) et (4-6) sont supérieures respectivement de 5 % et de 0,5 % à la masse volumique de l'eau.

En outre, si l'on suppose que le gari et la pulpe de manioc sont composés uniquement d'eau et d'amidon, l'extrapolation $x_e \rightarrow 0$ donne une bonne estimation de la masse volumique de l'amidon de manioc ; les valeurs extrapolées obtenues $\rho_p = 1560 \text{ kg/m}^3$ pour la pulpe de manioc et $\rho_p = 1460 \text{ kg/m}^3$ pour le gari sont respectivement supérieures de 4 % et inférieures de 3 % à la masse volumique utilisée communément pour l'amidon quelle que soit son origine botanique ($\rho_p = 1500 \text{ kg/m}^3$). De même, pour la pulpe de manioc, la valeur limite calculée est de 2,7 % supérieure à celle proposée par LEACH et SCHOCH (1961) pour l'amidon de manioc natif ($\rho_p = 1521 \text{ kg/m}^3$). Enfin, l'équation (4-5) fournit des résultats très proches de ceux de HAINE (1986) obtenus par pycnométrie à 25°C avec du toluène pour l'amidon natif de pomme de terre.

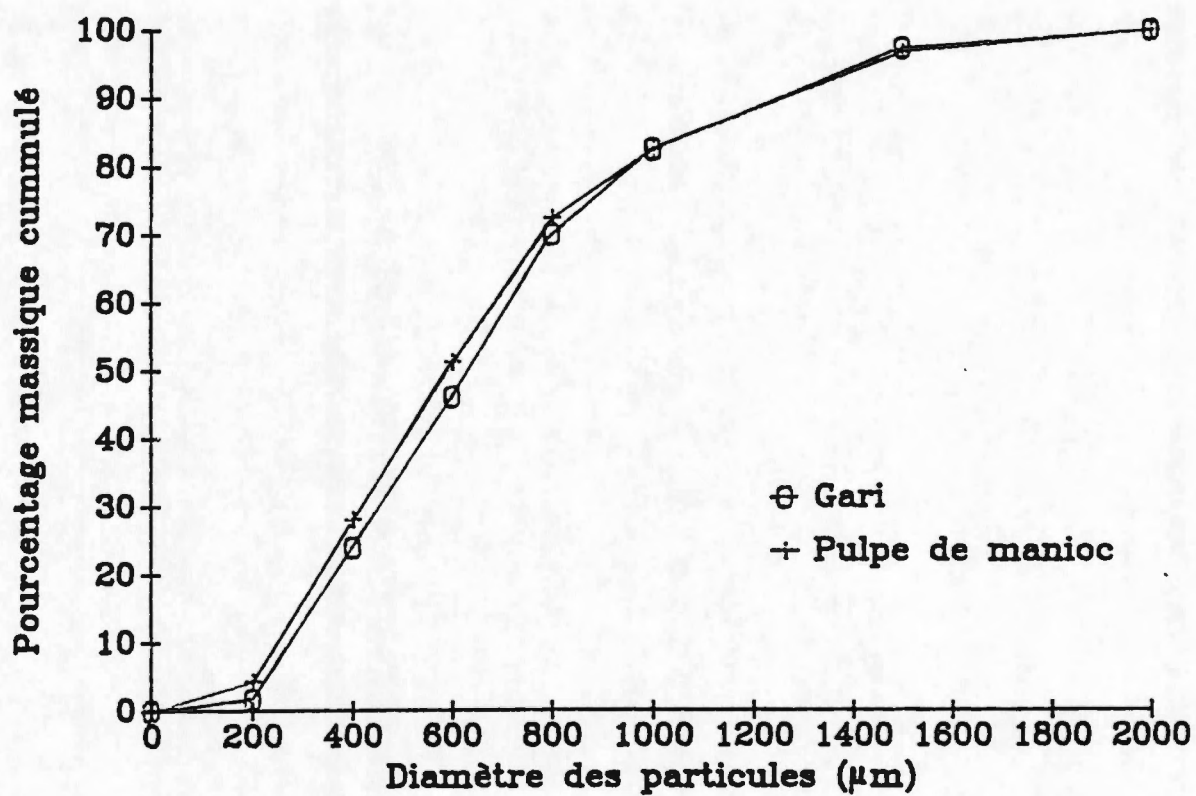


Figure < 4.1 > : Courbes de répartition granulométrique de la pulpe de manioc et du gari.

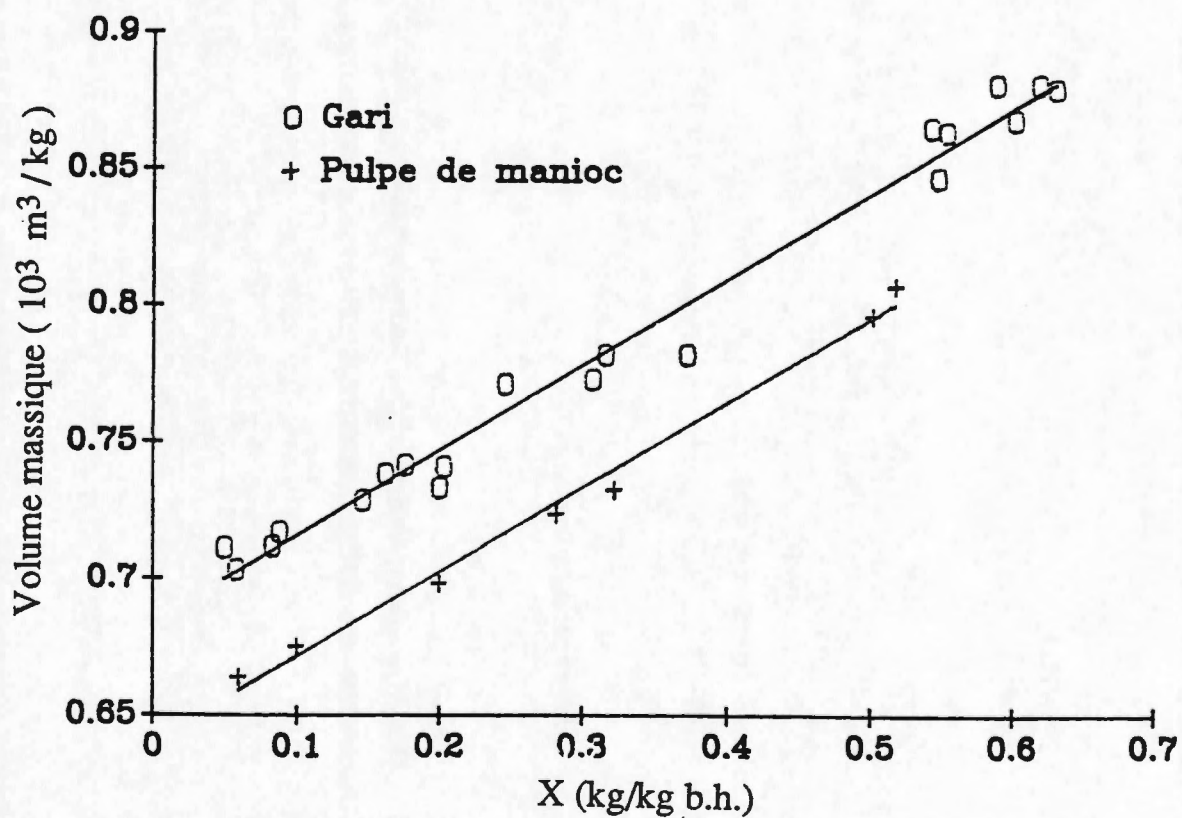


Figure <4.2 > : Volume massique $1/\rho_p$ de la pulpe de manioc et du gari en fonction de la teneur en eau.

Pour l'amidon partiellement gélatinisé de gari, peu de valeurs de comparaison ont été publiées dans la littérature. HAINE (1986) a trouvé une masse volumique de $1506,7 \text{ kg/m}^3$ pour un gel d'amidon obtenu par séchage sur plaque à 90°C et LEACH et SCHOCH (1981) proposent la valeur 1494 kg/m^3 pour la masse volumique du tapioca, qui est de l'amidon de manioc presque totalement gélatinisé. Ces valeurs sont en accord raisonnable avec nos mesures.

Evolution avec la granulométrie

Ainsi que l'illustre la figure < 4.3 >, la variation de la masse volumique réelle du gari avec la granulométrie est faible. Les valeurs obtenues sont assez dispersées, mais l'allure de la droite de régression ($r = 0,7$) indique une légère tendance à la diminution de ρ_p lorsque la taille des grains croît. Cette légère décroissance peut être expliquée par une plus forte gélatinisation des grains de forte taille et également par la plus forte teneur en fibres des fractions granulaires les plus élevées (ρ_p des fibres proche de 1200 kg/m^3).

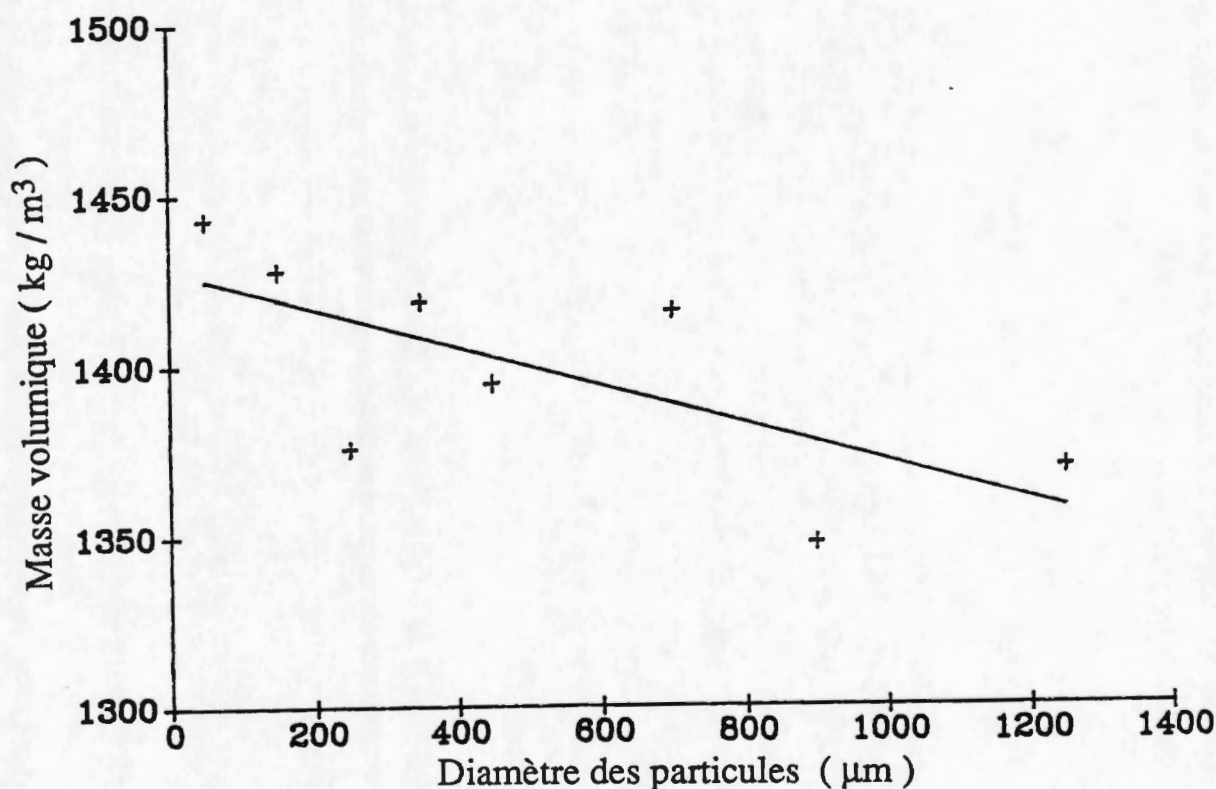


Figure < 4.3 > : Evolution de la masse volumique du gari en fonction de la granulométrie.

4.2.2.3. Evolution du volume des grains

Comme l'a proposée HAINE (1986), l'évolution du volume des particules avec la teneur en eau est caractérisée par le volume spécifique $u(X)$ d'un gramme de matière sèche. Celui-ci est calculé à l'aide de la formule proposée par HERMANS (1952) pour la cellulose :

$$u(X) = \frac{1 + X}{\rho_p(X)} \quad (4-7)$$

La figure < 4.4 > représente les courbes d'évolution de $u(X)$ pour la pulpe de manioc et le gari. On observe dans les deux cas, un gonflement continu des grains avec l'augmentation de la teneur en eau. La pulpe voit son volume croître de 130 % environ quand elle passe de 0,06 à 1,07 kg/kg (b.s.), tandis que le volume spécifique du gari est multiplié par 3 environ entre 0,05 et 1,62 kg/kg (b.s.). Ceci est caractéristique du comportement structural de l'amidon, l'eau de sorption envahissant les vides entre les chaînes de polymères et contribuant ainsi à déformer la structure devenue plastique.

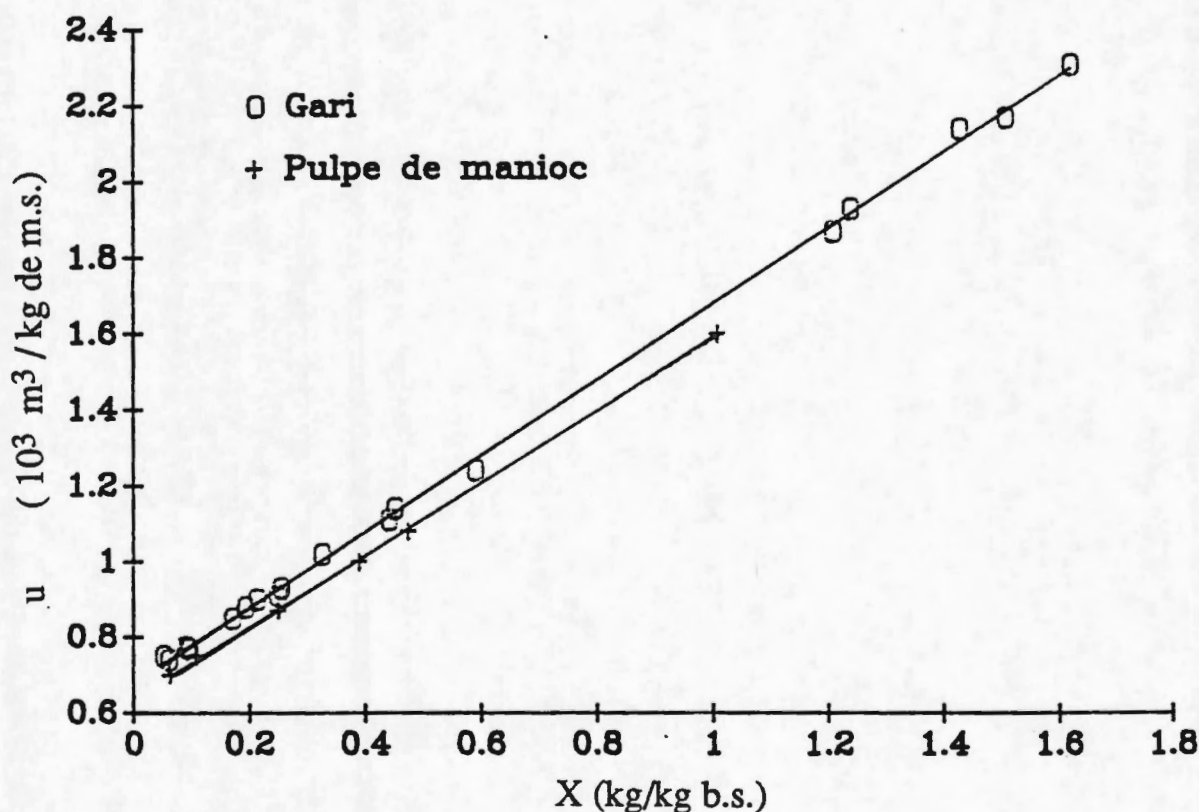


Figure < 4.4 > : Evolution du volume massique d'un gramme de matière sèche en fonction de la teneur en eau.

En outre, le gari présente un volume spécifique légèrement plus élevé que la pulpe (7 % environ) dans tout le domaine de teneur en eau étudié. Ce phénomène peut être expliqué par la gélatinisation partielle subie par l'amidon contenu dans le gari, qui correspond à un arrangement plus lâche de la structure moléculaire du grain d'amidon (disparition partielle de la structure cristalline).

Toutefois, HAINE (1986) a trouvé au contraire un volume spécifique plus faible pour l'amidon de pomme de terre gélatinisé et séché sur plaque que pour l'amidon natif. Ceci semble indiquer que la nature et l'intensité du traitement hydrothermique subi par l'amidon conditionne fortement la taille des grains. Il faut également remarquer que les pentes des deux droites de régression pour le gari ($1,002 \cdot 10^{-3} \text{ m}^3/\text{kg}$) et la pulpe ($0,950 \cdot 10^{-3} \text{ m}^3/\text{kg}$) sont quasiment identiques et proches du volume massique de l'eau pure. Ceci tendrait à prouver que dans le cas du gari, l'évolution du volume des grains avec l'hydratation est indépendante de la modification structurale intervenant durant la gélatinisation. Une interprétation plus fine de ces résultats au niveau de la structure de l'amidon nécessiterait une étude expérimentale plus précise.

Par ailleurs, pour les deux produits le volume d'un gramme de matière sèche peut être approximativement décrit par une relation de la forme :

$$u(X) = u(0) + X u_e \quad (4-8)$$

où $u(0)$ est le volume massique à l'état anhydre et u_e le volume massique de l'eau pure. Le volume spécifique $u(0)$ est la valeur limite de l'équation de régression lorsque $X \rightarrow 0$. Il est de $0,636 \cdot 10^{-3} \text{ m}^3/\text{kg}$ pour la pulpe de manioc et $0,680 \cdot 10^{-3} \text{ m}^3/\text{kg}$ pour le gari. Cette dernière valeur est quasiment identique à celle trouvée par NARA (1979) pour le volume spécifique de la phase amorphe du tapioca ($u(0) = 0,684 \cdot 10^{-3} \text{ m}^3/\text{kg}$).

La bonne adéquation de l'équation (4-8) indique que dans le domaine de teneur en eau étudié les pores des particules peuvent être considérés comme uniquement remplis par l'eau. L'absence de porosité intrinsèque des grains d'amidon a d'ailleurs été montrée très récemment par AGUERRE et al. (1989). Auparavant, une porosité très faible avait été trouvée par STAMATOPOULOS (1986) pour les pâtes alimentaires de blé dur (1,3 %) et par ZAFIROPOULOS (1987) pour les pâtes à base de maïs (1 %). Néanmoins, si cette interprétation est incontestable pour le gari et pour la pulpe de manioc à des hydratations supérieures à 30 % (b.s.), le peu de mesures expérimentales ne nous permet pas de prévoir avec certitude le comportement des particules de pulpe de manioc à des humidités comprises entre 5 % et 30 % (b.s.). Selon HAINE (1986), la linéarité de la courbe $u = f(X)$ n'est pas conservée lorsque $X < 13$ % (b.s.) dans le cas de l'amidon de pomme de terre. Cet auteur observe une réduction drastique de la pente de la courbe traduisant la présence de vides entre les chaînes de polymères. Par souci de simplification, il sera considéré par la suite que les particules de pulpe sont constituées exclusivement d'une matrice solide (amidon) et d'une phase liquide (eau) occupant tout l'espace des pores, dans un domaine de teneurs en eau allant de 0,05 à 1,07 kg/kg (b.s.).

4.2.2.4. Porosité des particules

A la lumière des résultats précédents, la porosité de la particule pourra être assimilée à la porosité due à la phase liquide, c'est à dire au rapport du volume d'eau sur le volume total de produit humide. Cette définition nous conduit aux relations rassemblées dans le tableau [4.2] pour ce qui concerne respectivement la porosité des particules de pulpe de manioc et de gari en fonction de la teneur en eau x_e :

Tableau [4.2] : Relations entre la porosité ϵ_p et la teneur en eau x_e exprimée en kg/kg (b.h.) pour la pulpe de manioc et le gari.

Produit	Porosité	Domaine de validité	
Pulpe de manioc	$\epsilon_p = \frac{x_e}{(0,31 x_e + 0,641) 10^{-3}}$	$0,06 < x_e < 0,52$	(4-9)
Gari	$\epsilon_p = \frac{x_e}{(0,31 x_e + 0,685) 10^{-3}}$	$0,05 < x_e < 0,62$	(4-10)

A l'état anhydre, le volume de vide pour l'amidon de pomme de terre sec représente environ 9 % du volume de matière sèche (HAINE, 1986).

4.2.2.5. Porosité totale du gari

La figure < 4.5 > traduit l'évolution de la porosité totale de la couche de particules avec la teneur en eau, assimilable dans notre cas à la porosité de la couche seule. Malgré une certaine dispersion dans les résultats la porosité mesurée est quasiment constante. Elle s'établit à $0,59 \pm 0,02$. Les écarts observés sont étroitement liés à l'absence de tassement mécanique. On a observé en effet la formation de paquets de grains aux fortes teneurs en eau conduisant à une répartition hétérogène de la porosité; néanmoins, il ne faut pas perdre de vue que cet état sera caractéristique de la couche aux fortes hydratations.

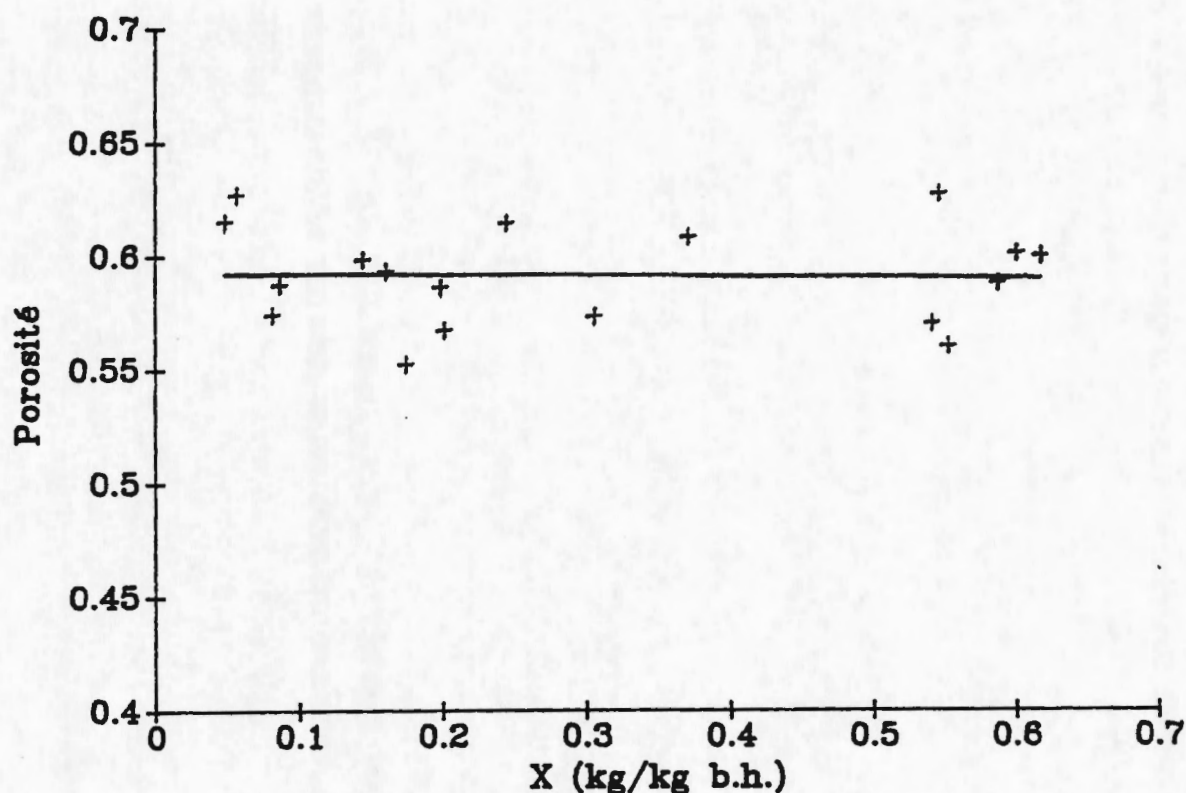


Figure < 4.5 > : Porosité totale d'une couche de gari en fonction de la teneur en eau.

4.3. PROPRIETES THERMIQUES DE LA PULPE DE MANIOC

4.3.1. La chaleur spécifique

4.3.1.1. Influence de la température

Les chaleurs spécifiques à pression constante C_p de l'amidon et de la pulpe de manioc anhydre ont été mesurées par calorimétrie différentielle entre 253 K et 369 K, au laboratoire de thermochimie minérale de l'INSA.

Le principe de cet appareil a été décrit au paragraphe /2.3.1./, néanmoins, il convient de préciser le mode opératoire de mesure des chaleurs massiques qui diffère légèrement de celui de l'enthalpie de gélatinisation.

Mode opératoire

En absence de transition de phase, l'équation (2-4) peut s'écrire :

$$K_1 \Delta = (C_g - C_{ref}) \frac{dT}{dt} \quad (4-11)$$

où C_g est la capacité calorifique globale de l'échantillon et du creuset,
 C_{ref} représente la capacité calorifique du creuset de référence.

C_g peut être exprimé en fonction des chaleurs massiques des constituants, soit :

$$C_g = m_{cre} C_{pcre} + m_{ech} C_{pech} \quad (4-12)$$

où m_{ech} est la masse de l'échantillon,
 m_{cre} est la masse du creuset,
 C_{pech} est la chaleur massique de l'échantillon,
 C_{pcre} est la chaleur massique du creuset.

Par conséquent l'équation (4-11) devient :

$$K_1 \Delta = (m_{cre} C_{pcre} + m_{ech} C_{pech} - C_{ref}) \frac{dT}{dt} \quad (4-13)$$

Si l'on appelle maintenant Δ_0 , le signal enregistré avec un creuset vide de masse m_0 ,
l'équation de transfert peut être exprimée de la manière suivante :

$$K_1 \Delta_0 = (m_0 C_{pcre} - C_{ref}) \frac{dT_0}{dt} \quad (4-14)$$

En soustrayant membre à membre les équations (4-13) et (4-14) à une même température T, on obtient la relation :

$$K_1 \left[\frac{\Delta}{\left(\frac{dT}{dt}\right)} - \frac{\Delta_0}{\left(\frac{dT_0}{dt}\right)} \right] = (m_{cre} - m_0) C_{pcre} + m_{ech} C_{pech} \quad (4-15)$$

où $K_1, \Delta, \Delta_0, C_{pcre}$ et C_{pech} sont des fonctions de la température.

Si l'on effectue de plus l'expérimentation à une vitesse de chauffe identique
 $K_2 = dT/dt = dT_0/dt$, l'équation (4-15) à T donné se simplifie sous la forme :

$$\frac{K_1}{K_2} (\Delta - \Delta_0) = (m_{cre} - m_0) C_{pcre} + m_{ech} C_{pech} \quad (4-16)$$

Pour l'ensemble du domaine de température étudié, la chaleur massique C_{pech} peut être calculée grâce à la relation matricielle suivante :

$$\frac{K_1}{K_2} (\Delta - \Delta_0) = \left(\begin{matrix} C_{p_{cre}} \\ C_{p_{ech}} \end{matrix} \right) (m_{cre} - m_0, m_{ech}) \quad (4-17)$$

Les creusets utilisés ont été des creusets standards en aluminium de 40 μ l de volume et par ailleurs le creuset de référence était un creuset vide.

Résultats et discussion

Comme l'indique la figure < 4.6 >, la chaleur massique de l'amidon et de la pulpe de manioc anhydre augmentent linéairement avec la température dans le domaine étudié.

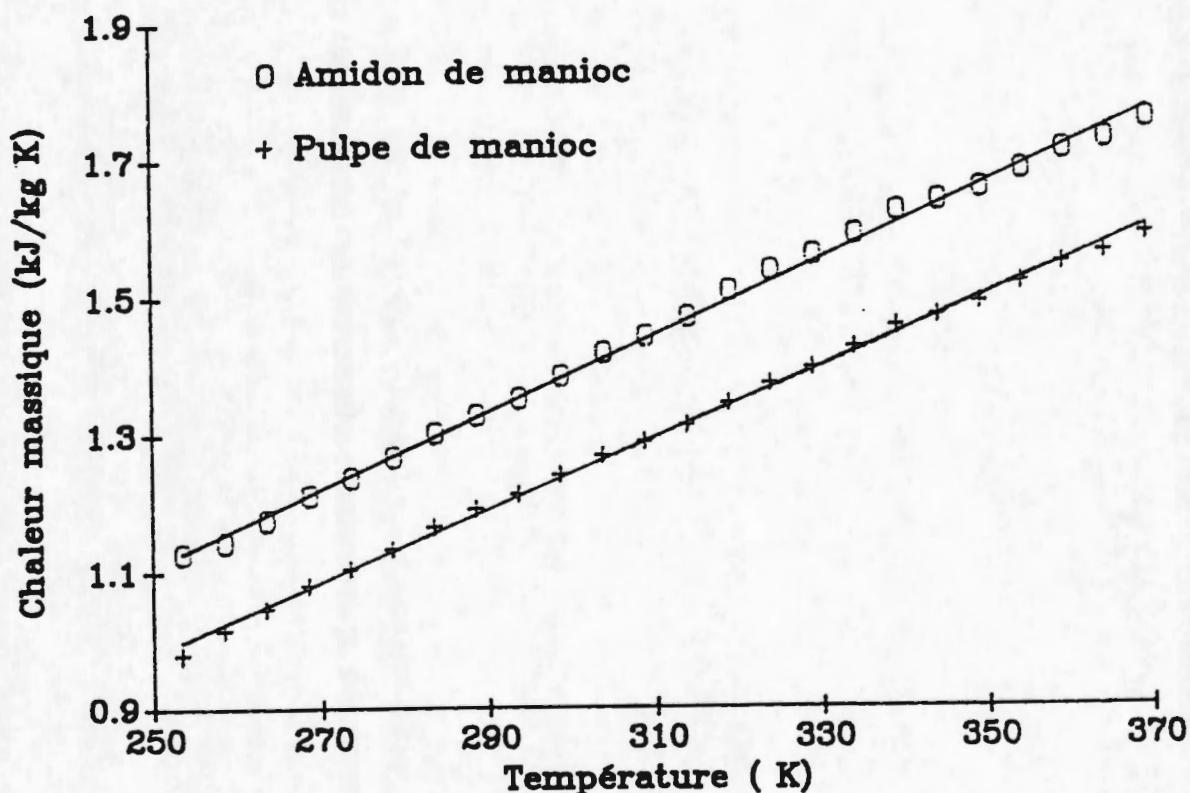


Figure < 4.6 > : Chaleur massique de l'amidon et de la pulpe de manioc en fonction de la température.

Un ajustement par régression linéaire a été réalisé et a conduit aux équations présentées dans le tableau [4.3]. Dans chaque cas, un coefficient de corrélation supérieur à 0,99 a été obtenu.

Tableau [4.3] : Corrélations entre la chaleur spécifique C_p (J/kgK) et la température T (°C) pour l'amidon et la pulpe de manioc anhydres.

Produit	Equation de régression	C_p à 20°C (J/kgK)
Amidon de manioc anhydre	$C_p = 5,591 T + 1239$	1351
Pulpe de manioc anhydre	$C_p = 5,206 T + 1101$	1205

On observe que la chaleur massique de l'amidon pur est légèrement supérieure à celle de la pulpe. La présence de fibres cellulosiques dans la pulpe contribue certainement à cette différence. La chaleur spécifique de l'amidon de manioc à 20°C est supérieure de 2,5 % à celle proposée par FREEMAN (1943) ($C_p = 1320$ J/KgK) pour de l'amidon de pomme de terre sec et inférieure de 6 % à la chaleur spécifique de l'amidon de blé anhydre mesurée par GONNET (1987) ($C_p = 1140$ J/kgK).

Le chaleur massique de la pulpe de manioc à 20°C est environ 7 % plus faible que la valeur donné par STITT et KENNEDY (1945) pour la pomme de terre ($C_p = 1300$ kJ/kgK)

4.3.1.2. Influence de la teneur en eau

La chaleur massique de la pulpe hydratée a été calculée en utilisant la relation massique d'additivité des capacités calorifiques des différents constituants :

$$C_p = \sum_{i=1}^n C_{p_i} x_i \quad (4-18)$$

où x_i et C_{p_i} sont respectivement la fraction massique et la chaleur spécifique du constituant i .

Pour la pulpe hydratée, cette relation devient :

$$C_p = (1 - x_e) C_{p_{ma}} + x_e C_{p_e} \quad (4-19)$$

où x_e est la fraction massique d'eau (kg eau/kg m.h.),
 $C_{p_{ma}}$ et C_{p_e} les chaleurs massiques respectives de la pulpe de manioc et de l'eau.

Dans le cas d'un produit hydraté, ces mesures sont généralement faussées par des phénomènes parasites d'évaporation. Dans notre cas, le problème se complique du fait de la gélatinisation de l'amidon. Pour ces deux raisons, aucune vérification expérimentale de la relation (4-19) n'a été effectuée.

4.3.2. La conductivité thermique

4.3.2.1. Introduction

La conductivité thermique est une grandeur essentielle dans le procédé de séchage par contact puisqu'elle conditionne le transfert de chaleur à l'intérieur du milieu. Sa détermination a fait l'objet d'un grand nombre de recherches, tant sur le plan expérimental qu'au moyen de modèles théoriques prédictifs. Ces travaux parfois très anciens (MAXWELL, 1904) ont porté généralement sur des milieux diphasiques constitués d'une phase solide et d'une phase fluide (gaz ou liquide) environnant cette dernière. La conductivité thermique effective d'un milieu poreux non saturé reste encore une grandeur à laquelle, il est difficile d'accéder si l'on se réfère à des travaux très récents (AZIZI, 1988 ; MOYNE, 1987 ; BORIES et al., 1980). La pulpe de manioc entre dans cette catégorie de milieux avec la particularité d'être également un matériau divisé. D'après ce qui a été vu précédemment, les particules de manioc sont composées d'une matrice solide déformable, dont les pores sont remplis presque exclusivement d'eau. Dans le domaine de teneur en eau étudiée ($x_e < 52$ % (b.h.)), les espaces interparticulaires ne contiennent que de la vapeur d'eau et de l'air.

Notre intention première a été de déterminer expérimentalement la conductivité thermique effective d'une couche de pulpe à différentes teneurs en eau. Nous avons successivement utilisé la méthode de la sonde à choc puis la méthode "flash", obtenant des résultats peu reproductibles. En conséquence, nous avons décidé d'estimer cette propriété à l'aide d'un modèle mathématique. Néanmoins, les prédictions du modèle retenu ont été vérifiées grâce à des manipulations effectuées sur un produit pratiquement anhydre ($x_e \approx 0,5$ % (b.h.)) et pour une teneur en eau proche de l'humidité initiale de séchage ($x_e \approx 52$ % (b.h.)).

4.3.2.2. Choix d'un modèle théorique

Le nombre considérable de modèles prédictifs pour les milieux diphasiques - une phase solide et une phase fluide - passés en revue par AZIZI (1988), GONNET (1987), TSOTSAS et MARTIN (1987) s'oppose à la quasi absence de méthodes de calcul de la conductivité thermique des milieux triphasiques. A notre connaissance, seuls KRISCHER (1963), DE VRIES (1958) et très récemment MOYNE (1987) ont livré des modèles susceptibles de fournir une évaluation de cette grandeur pour des matériaux poreux non saturés. BORIES et al. (1980) et AZIZI (1988) ont mis l'accent sur la nécessité de prendre en compte tous les modes de transfert de chaleur et de matière, pouvant influencer la conductivité thermique effective de tels milieux, et notamment l'évapo-condensation liée à la diffusion de vapeur sous l'effet du gradient de température.

Le modèle de MOYNE (1987) est le seul qui considère les trois gradients moteurs de température, d'humidité et de pression totale. Toutefois, cette approche bien que très

complète possède l'inconvénient d'aboutir à un système d'équations aux dérivées partielles de bilan massique et thermique dont la résolution est lourde.

Notre choix s'est alors porté sur un modèle plus simple proposé par ZEHNER (1972) et BAUER (1977) et déjà appliqué par TSOTSAS et SCHLÜNDER (1986) dans le cas du séchage par contact.

Tel qu'il a été présenté par ses auteurs, le modèle ne s'applique qu'aux milieux diphasiques. La modélisation repose sur l'utilisation d'une cellule élémentaire de référence dans laquelle les lignes de flux de chaleur sont supposées parallèles. La forme de la cellule peut être simplement ajustée à celle de la particule au moyen d'un paramètre.

Les principaux modes de transmission de chaleur dans les matériaux diphasiques sont pris en compte :

- conduction à l'intérieur et entre les particules,
- conduction dans le fluide,
- rayonnement entre particules.

L'influence de paramètres secondaires tels que la forme et la taille des particules, la présence de surfaces de contacts entre particules et la pression peut être également considérée.

TSOTSAS et MARTIN (1987) ont passé en revue un grand nombre de modèles simples d'évaluation de la conductivité thermique effective existants dans la littérature. Ils recommandent l'utilisation du modèle de ZEHNER et BAUER pour sa cohérence et sa bonne précision compte tenu du temps de calcul requis.

Néanmoins, dans sa forme originelle le modèle ne pouvait être appliqué simplement dans le cas d'un milieu poreux non saturé, car il suppose connue la conductivité thermique de la particule et ne prend pas en compte le phénomène d'évapo-condensation à l'intérieur des micropores (la particule) et des macropores (entre particules).

TSOTSAS et SCHLÜNDER (1986) ont utilisé le modèle de plaque de KRISCHER (1963) pour déterminer la conductivité thermique apparente de la particule, et de l'espace gazeux interparticulaire. KRISCHER suppose que la conductivité thermique d'un milieu quelconque peut être calculée à partir de celle de ses différentes phases.

Le système de phases est remplacé par des couches de fraction volumique respectives w et $1 - w$, disposées perpendiculairement et parallèlement au flux de chaleur. Le nombre w est considéré comme un paramètre d'ajustement déterminé expérimentalement. La conductivité thermique effective d'un milieu ainsi défini s'écrit :

$$\frac{1}{\lambda_{eq}} = w \sum_{i=1}^n \frac{x_i}{\lambda_i} + \frac{1-w}{\sum_{i=1}^n x_i \lambda_i} \quad (4-20)$$

où x_i est la fraction massique et λ_i la conductivité thermique intrinsèque du constituant i .

Le terme de conductivité équivalente dû au phénomène d'évapo-condensation λ_{dif} est introduit comme une conductivité thermique additionnelle de la phase gazeuse :

$$\lambda'_g = \lambda_g + \lambda_{dif} \quad (4-21)$$

D'après leurs auteurs, cette extension du modèle de ZEHNER et BAUER conduit à des estimations de précision suffisante pour permettre son application dans le cadre d'un modèle de séchage par contact (cf annexe 1).

4.3.2.3. Conductivité thermique de la pulpe de manioc sèche

La conductivité thermique effective d'une couche de pulpe de manioc déshydratée à $x_e = 0,5 \%$ (b.h.) a été déterminée grâce à la méthode impulsionnelle à différentes températures allant de 26°C à 63°C. La méthode impulsionnelle ou méthode flash, est une méthode transitoire permettant de mesurer la diffusivité thermique d'un matériau. La face d'un échantillon à faces parallèles et d'épaisseur uniforme est soumise à une impulsion thermique assimilable mathématiquement à un Dirac. L'évolution de température consécutive à cet apport d'énergie est enregistrée sur la face opposée de l'échantillon. La courbe $T = f(t)$ obtenue permet d'accéder à la diffusivité thermique par identification avec un modèle mathématique (DEGIOVANNI, 1977 ; GONNET, 1987). La conductivité thermique effective du matériau est alors calculée à l'aide de la relation classique suivante :

$$\lambda = a \rho C_p \quad (4-22)$$

La pulpe employée a été déshydratée sous vide à 40°C pendant 48 h. Elle a ensuite été placée dans un godet et compactée à 550 kg/m³. Le récipient a été recouvert d'une lame métallique permettant d'obtenir un échantillon d'épaisseur uniforme (4,91 mm) et présentant 2 faces parallèles. En raison de sa forte hygroscopicité, il semble que la teneur en eau de la pulpe ait légèrement augmenté en cours de manipulation. Un échantillon témoin placé en atmosphère ambiante avait une teneur en eau de 2,2 % (b.h.) à la fin de l'opération.

Les résultats obtenus pour a_{eff} et λ_{eff} en fonction de la température sont résumés dans le tableau [4.4].

Tableau [4.4] : Conductivité thermique effective de la pulpe de manioc
 $x_e = 0,5 \%$ b.h.- $\epsilon_b = 0,65$

Température (°C)	a_{eff} ($10^{-7} \text{ m}^2/\text{s}$)	λ_{eff} (W/mK)
26,1	0,803	0,056
31,9	0,806	0,057
37,3	0,817	0,059
47,8	0,846	0,064
61,3	1,049	0,083
63,0	1,075	0,086

La diffusivité thermique mesurée à 26°C est proche de celle donnée par SARACAVOS et al. (1988) pour de l'amidon de maïs (62,3 % d'amylose) à 25°C. La valeur fournie par ces auteurs ($a = 0,95 \cdot 10^{-7} \text{ m}^2/\text{s}$) à $x_e = 0$ est supérieure de 18 % à la nôtre, mais cette différence peut également être due à la plus faible porosité de leur échantillon ($\epsilon_b = 0,45$) relativement à la pulpe ($\epsilon_b \approx 0,65$). Les conductivités thermiques effectives calculées sont faibles (0,056 - 0,08 W/mK), ce qui est caractéristique des produits alimentaires fortement divisés, en raison de la faible conductivité de la matrice solide et de la phase gazeuse (SCHERER, 1979 ; SARACAVOS et al., 1988). La faible augmentation de λ_{eff} avec la température et également typique des milieux poreux faiblement hydratés. En effet, la quasi-absence d'évapo-condensation, qui contribue à accroître considérablement la conductivité de la phase gazeuse aux fortes températures, et la faible augmentation de la conductivité thermique de l'air avec la température rendent la conductivité thermique effective de la couche peu sensible à la température ; la faible conductivité thermique intrinsèque des grains d'amidons - 0,216 W/mK à l'état anhydre (ROTH et al., 1970) - confirme la validité des faibles valeurs mesurées.

4.3.2.4. Conductivité thermique de la pulpe avant cuisson-séchage

La conductivité thermique de la pulpe avant cuisson ($x_e \approx 50 \%$ (b.h.)) a été déterminée par la méthode de la sonde à source linéaire de chaleur (sonde à choc). Ce procédé de mesure consiste à soumettre l'échantillon de produit, compacté dans un récipient cylindrique, à un échelon de puissance thermique et à relever l'évolution de température qui en résulte à une distance connue de l'élément chauffant. La sonde est constituée d'un élément chauffant au centre duquel est fixé un thermocouple à faible temps de réponse. Les détails de conception de la sonde et du montage expérimental peuvent être trouvés chez GONNET (1987). Au bout d'un temps t_0 donné, la courbe $T(t)$ enregistrée peut être approchée par la relation suivante, proposée par BLACKWELL (1954) :

$$T(t) = B_1 \ln(t) + B_2 \quad (4-23)$$

avec $B_1 = \frac{Q}{4 \pi \lambda}$

où Q est la puissance linéaire de chauffe en W/m.

La détermination de Q est réalisée par étalonnage à l'aide de gels de conductivité thermique connue. L'erreur relative entre le thermogramme expérimental et la solution approchée n'est que de 3 % au bout de $t_0 = 3$ s.

Les premiers essais ont été effectués à température ambiante (20 - 22°C) sur de la pulpe extrudée de porosité moyenne $6,4 \% \pm 0,7$ et dans un domaine de teneur en eau allant de 43,5 à 53 % (b.h.). Les valeurs rapportées dans le tableau [4.5] sont les moyennes de 4 essais de reproductibilité.

Tableau [4.5] : Conductivité thermique effective de la pulpe de manioc - $T = 20^\circ\text{C}$

Teneur en eau x_e (% b.h)	Porosité ϵ_b (%)	λ_{eff} (W/mK)
43,5	6,6	$0,330 \pm 0,025$
44,8	5,7	$0,372 \pm 0,093$
50,5	5,5	$0,380 \pm 0,095$
51,6	6,5	$0,385 \pm 0,093$
53,0	7,5	$0,400 \pm 0,088$

Si l'on néglige la porosité de la couche, la pulpe extrudée peut être considérée comme saturée en eau aux niveaux d'humidités étudiées. Les conductivités thermiques observées sont très proches de celles mesurées par GONNET (1987) pour l'amidon de blé ($\lambda = 0,39$ W/mK) et par MATTEA et al. (1986) ($\lambda = 0,349$ W/mK).

Le tableau [4.6] rassemble les résultats obtenus sur de la pulpe compactée à 767 kg/m^3 ayant une teneur en eau de $x_e = 52 \%$ (b.h.) dans un domaine de température de 32°C à 83°C .

On observe une brusque décroissance de la conductivité thermique entre 69°C et 73°C . Le pic coïncide de manière surprenante avec le domaine de température de la gélatinisation à ce niveau d'hydratation. Il semble que le transfert de chaleur à l'intérieur de l'échantillon soit perturbé par cette réaction endothermique, l'échelon de puissance étant en plus ou moins grande partie au moins absorbé par la gélatinisation.

Tableau [4.6] : Conductivité thermique effective de la pulpe de manioc
 $x_e = 52 \%$ (b.h.) - $\epsilon_b = 0,38$

Température (°C)	λ_{eff} (W/mK)	Température (°C)	λ_{eff} (W/mK)
32,1	0,194	60,3	0,207
37,3	0,186	63,7	0,211
38,6	0,195	68,2	0,194
41,3	0,187	71,0	0,173
42,9	0,200	73,2	0,196
47,0	0,204	75,5	0,230
48,1	0,192	77,4	0,204
50,7	0,212	80,7	0,216
52,6	0,211	81,8	0,224
56,2	0,217	83,0	0,213

De manière générale, on note une faible augmentation de λ_{eff} avec la température, ce qui est incohérent avec les observations de nombreux auteurs pour les températures supérieures à 60°C. En effet, conformément à l'analyse de KRISCHER confirmée par AZIZI (1988), la conductivité thermique effective devrait croître fortement au delà de 60°C, sous l'effet du phénomène d'évapo-condensation. Il semble dans notre cas, que la modification structurale de l'amidon associée à une nouvelle répartition de l'eau à l'intérieur de la matrice affecte ce mode d'évolution. Par ailleurs, l'utilisation de la méthode de la sonde à choc est critiquable dans le cas de milieux fortement divisés en raison de la faible surface de contact entre la sonde et le milieu poreux qui l'entoure.

4.3.2.5. Comparaison des valeurs expérimentales avec différents modèles

Les résultats expérimentaux ont été comparés d'une part aux prédictions du modèle de ZEHNER et BAUER modifié par TSOTSAS et SCHLÜNDER (1986), et d'autre part aux valeurs fournies par les modèles classiques série et parallèle, en négligeant l'évapo-condensation.

Pour la teneur en eau $x_e = 0,5 \%$ (b.h.), la porosité de la particule a été prise égale à 0,01 et celle de la couche à 0,65, alors que pour $x_e = 52 \%$ (b.h.), la porosité des particules était de 0,65 (phase liquide seulement) et celle de la couche de 0,38, pour une masse volumique apparente de 767 kg/m³. La valeur de la conductivité thermique du solide a été de 0,22 W/mK (grain d'amidon anhydre).

Pour le modèle de ZEHNER et BAUER, les valeurs des paramètres d'ajustement w_{mic} (particule) et w_{mac} (espace interparticulaire) intervenant dans le modèle de KRISCHER s'élèvent respectivement à 0,8 et 0,2.

Les figures < 4.7 > et < 4.8 > illustrent la comparaison entre résultats théoriques et expérimentaux. De manière générale, en absence d'évapo-condensation les modèles série et parallèle encadrent à la fois les valeurs expérimentales et celles fournies par le modèle de ZEHNER et BAUER. Ce dernier donne des résultats proches en valeur absolue des données expérimentales, compte tenu de la difficulté d'estimation de la porosité du milieu. La validité du modèle ZEHNER et BAUER n'a pas été vérifiée pour des teneurs en eau intermédiaires. Néanmoins, la faible variation de la conductivité effective de la particule limite l'ordre de grandeur des erreurs possibles. La porosité de la couche va jouer un rôle très important de par son influence sur le phénomène d'évapo-condensation aux fortes températures. En conclusion, il paraît certain que seul le modèle de ZEHNER et BAUER peut permettre de prendre en compte aussi facilement toutes ces influences et sera donc retenu comme modèle prédictif de la conductivité thermique de la pulpe de manioc.

4.3.2.6. Prédiction de la conductivité thermique effective d'une couche de pulpe de manioc

La conductivité thermique de la pulpe de manioc a été évaluée pour différentes porosités de la couche ($\varepsilon_b = 0,2$; $\varepsilon_b = 0,4$) dans un domaine de teneur en eau de $x_e = 0$ à $x_e = 70$ % (b.h.), et pour différentes températures comprises entre 20°C et 80°C.

La particule de manioc a été considérée comme étant une matrice déformable, dont la porosité est donnée par l'équation (4-9). Les figures < 4.9 > et < 4.10 > présentent les résultats théoriques obtenus. On constate que la conductivité thermique effective augmente continûment avec la teneur en eau en raison de la meilleure conductivité thermique intrinsèque de l'eau liquide relativement à celle de l'amidon de manioc. La forte augmentation de celle-ci avec la température est directement liée au phénomène d'évapo-condensation dans les espaces interparticulaires non saturés. Par ailleurs, la diminution de λ_{eff} généralement observée pour des températures supérieures à 60 °C lorsque l'on approche de la saturation (conductivité thermique de la phase liquide inférieure à la conductivité équivalente de la phase gazeuse en présence d'évapo-condensation) n'apparaît pas pour la simple raison que les espaces interparticulaires ne contiennent pas d'eau liquide dans ce domaine de teneur en eau.

Contrairement à la particule qui est toujours saturée du fait du gonflement de l'amidon, les pores de la couche sont uniquement remplis d'air et de vapeur d'eau. La conductivité thermique effective est donc fortement dépendante de la porosité de la couche et donc de la densité de compactage. Ceci est confirmé par une comparaison des figures < 4.9 > et < 4.10 >.

Finalement, l'allure des courbes prédites par le modèle est en parfaite adéquation avec les différents travaux connus sur la détermination de la conductivité thermique effective des milieux poreux non saturés.

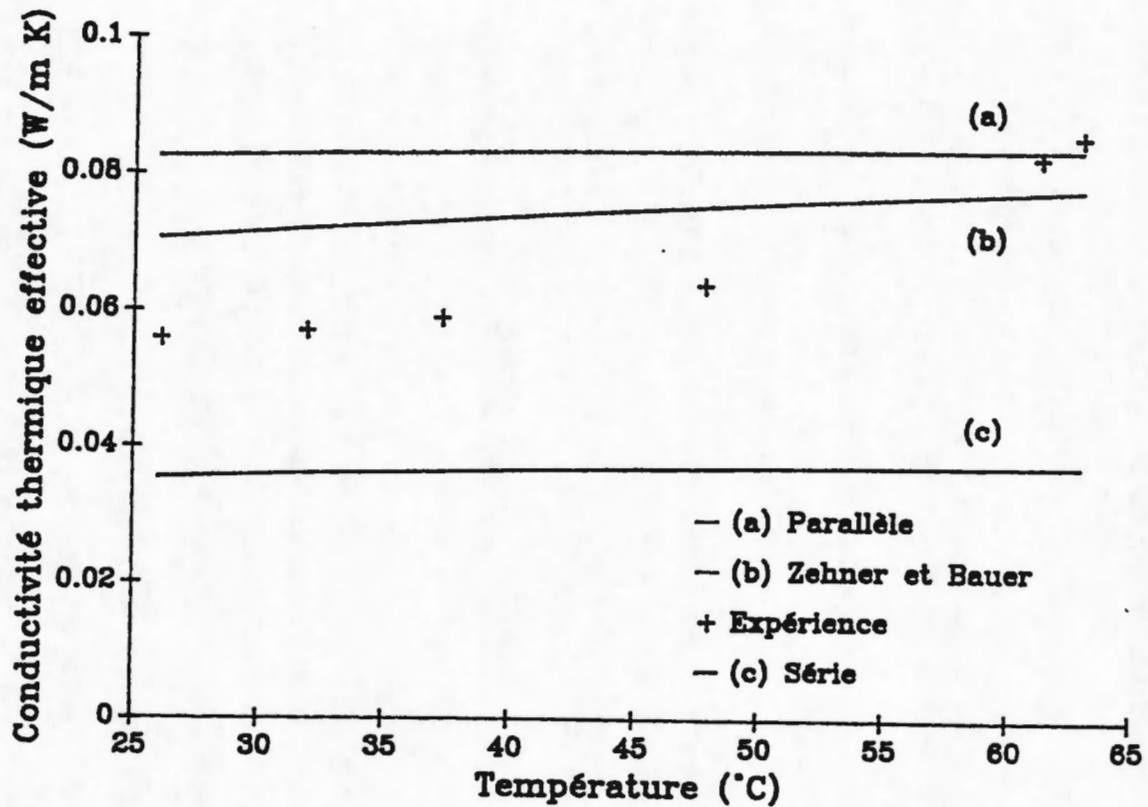


Figure < 4.7 > : Comparaison entre conductivités thermiques expérimentales et calculées à l'aide de différents modèles - $x_e = 0,5 \%$ (b.h.) - $\epsilon_b = 0,65$.

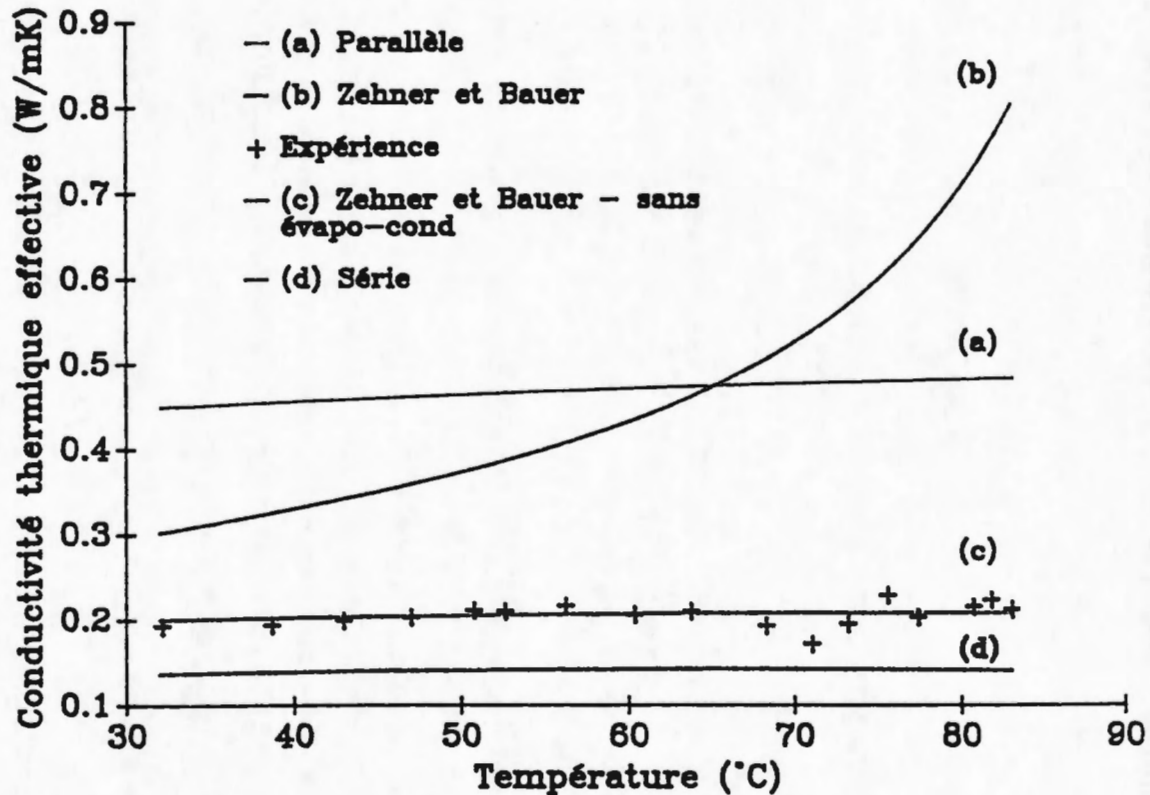


Figure < 4.8 > : Comparaison entre conductivités thermiques expérimentales et calculées à l'aide de différents modèles - $x_e = 52 \%$ (b.h.) - $\epsilon_b = 0,38$.

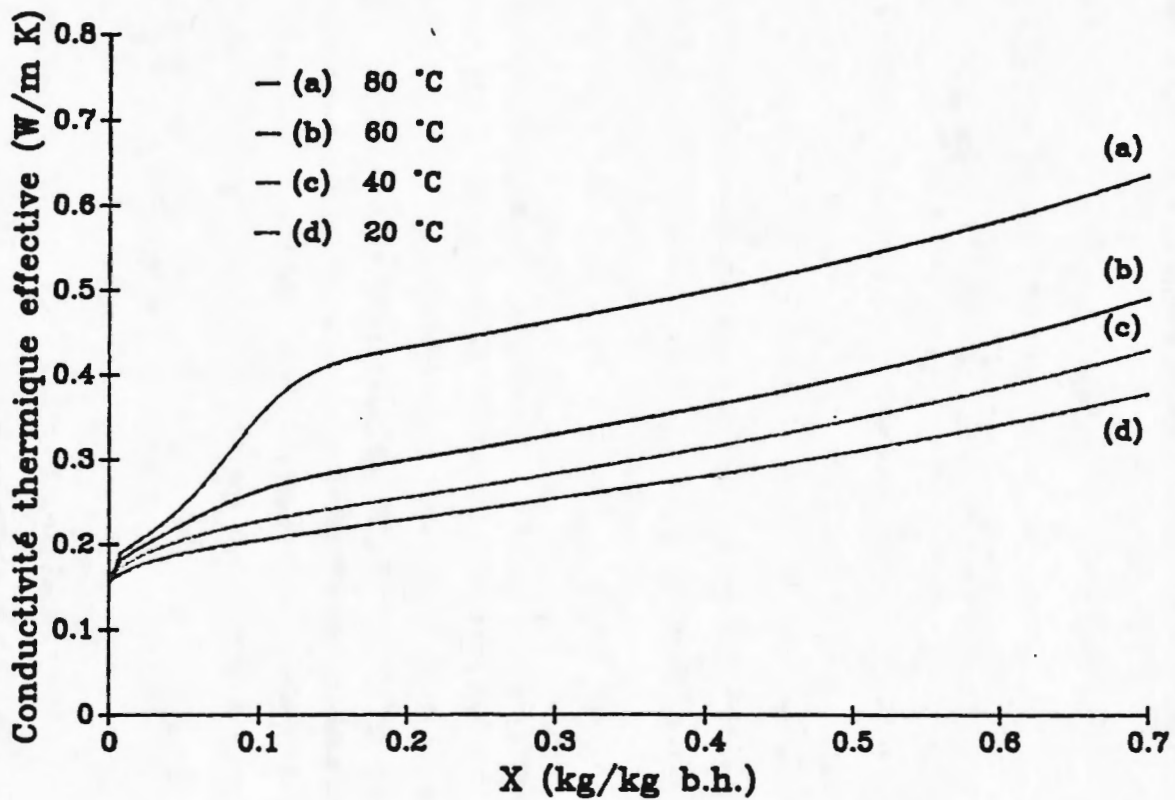


Figure < 4.9 > : Conductivité thermique effective de la pulpe de manioc calculée à l'aide du modèle de Zehner et Bauer (présence d'évapo-condensation) - $\varepsilon_b = 0,2$.

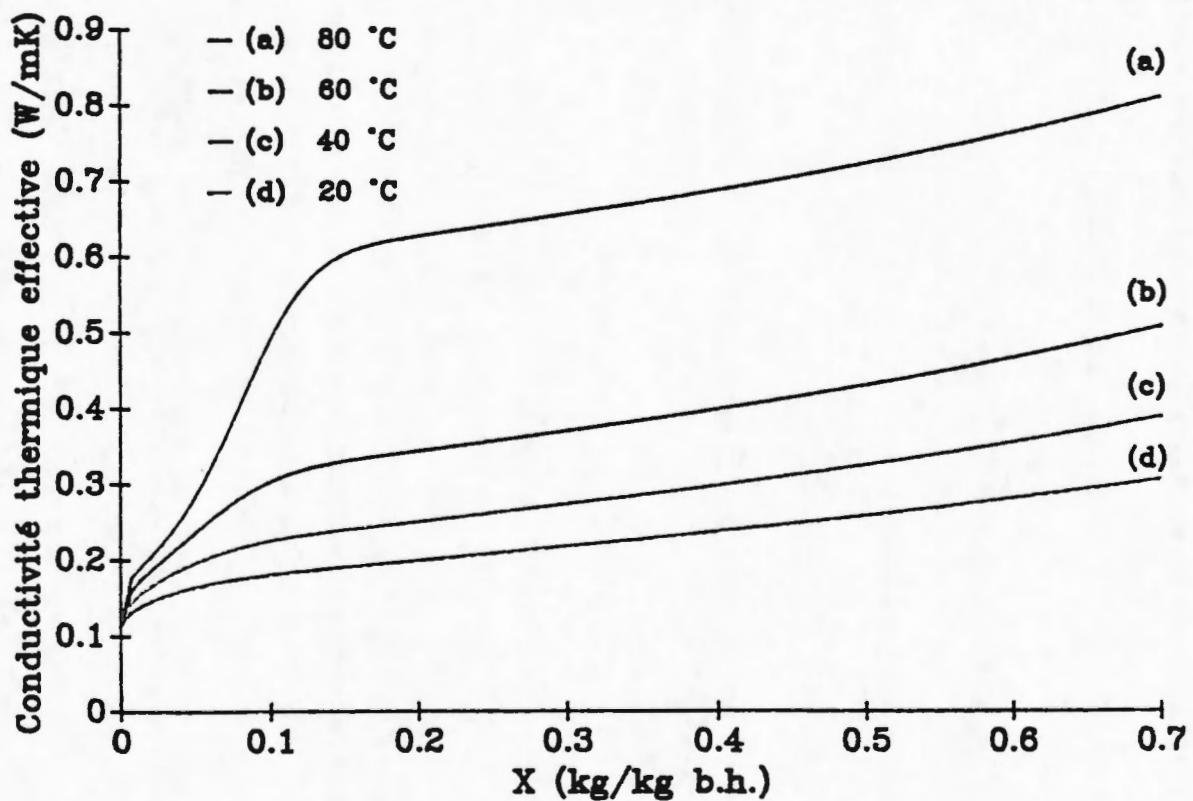


Figure < 4.10 > : Conductivité thermique effective de la pulpe de manioc calculée à l'aide du modèle de Zehner et Bauer (présence d'évapo-condensation) - $\varepsilon_b = 0,4$.

CHAPITRE 5

ETUDE DU SECHAGE PAR CONTACT DE MILIEUX GRANULAIRES AGITES

5. ETUDE DU SECHAGE PAR CONTACT DE MILIEUX GRANULAIRES AGITES

5.1. INTRODUCTION

Le séchage par contact est très répandu dans certaines industries et notamment dans l'agro-alimentaire, pour transformer des produits pâteux ou visqueux en poudre ou en flocons. Il supprime généralement la lyophilisation en raison de sa faible consommation en énergie malgré certains désavantages en matière de qualité du produit fini. Ainsi, le séchage sur cylindre a connu un développement considérable pour la préparation de produits tels que les purées de pomme de terre, la poudre de lait ou les aliments pour enfants. L'industrie du papier a également adopté ce type d'appareil permettant de sécher très rapidement des surfaces importantes de feuilles.

En outre, l'avantage décisif du séchage par contact réside dans la suppression du fluide caloporteur (air chaud, vapeur) et qu'il permet donc de travailler sous vide dans des conditions idéales. Cette dernière caractéristique constitue la raison majeure de son développement récent. En effet, le séchage sous vide possède des avantages majeurs en matière d'économie d'énergie, notamment parce qu'il facilite la recompression des vapeurs mais également dans le traitement des produits thermosensibles qui sont nombreux dans le domaine agro-alimentaire.

De plus, le séchage par contact possède un large éventail d'applications pour les produits granulaires. Les appareils conçus pour ce type d'utilisation sont d'ailleurs connus depuis longtemps puisqu'ils étaient déjà utilisés à la fin du 19^{ème} siècle pour le séchage du charbon.

Il s'agit principalement de séchoirs à disques ou à tambours rotatifs dans lesquels la couche de produit est agitée au moyen de pales, de vis sans fin ou par la rotation de l'appareil lui-même. Ainsi, dans ses recherches KESSLER (1969) a pu employer une gamme extrêmement étendue de produits granulaires. Il s'agissait à la fois de produits minéraux ou chimiques tels que des oxydes de fer ou de cuivre, du sel, du PVC et des produits alimentaires comme du lait, des petits pois ou des tranches d'oignons.

Depuis les années 1970, les travaux sur le sujet se sont succédés de manière accélérée, permettant de mieux comprendre et de modéliser les phénomènes de transfert impliqués. Les recherches majeures ont été menées à l'université de Karlsruhe, sous l'impulsion de l'Institut Technique des Procédés (I.V.T.), qui est à l'origine des principaux résultats publiés sur le sujet.

5.2. APPROCHE DU SECHAGE PAR CONTACT DE MILIEUX GRANULAIRES

Contrairement au séchage par entraînement, le séchage par contact ne nécessite aucun fluide caloporteur pour éliminer l'eau contenue dans le produit. Le séchage est effectué en amenant directement le produit en contact avec une paroi chaude qui transmet à celui-ci le flux nécessaire à l'évaporation - éventuellement à la vaporisation -. La vitesse du transfert de chaleur à l'intérieur du produit, qui s'effectue de manière simultanée avec le transport de la vapeur émise, est déterminante pour la vitesse de séchage. Ainsi dans le cas de produits granulaires la couche de particules est généralement agitée mécaniquement afin d'améliorer les échanges thermiques tout en facilitant le départ de la vapeur à l'extérieur de la couche de produit.

Pour ces mêmes produits, SCHLÜNDER (1981) a essayé d'établir une analogie entre séchage par entraînement et séchage par contact, en distinguant dans l'évolution du processus les trois périodes traditionnellement reconnues en séchage par entraînement. Ainsi la première période de séchage serait constituée par la phase d'évaporation à la surface externe des particules, tandis que les deuxièmes et troisièmes périodes interviendraient lorsque les transferts de matière internes deviennent plus lents, le front d'évaporation étant situé au sein même de la particule. Cette distinction entre différentes périodes de séchage s'est révélée inadaptée à cause du caractère aléatoire de ce mode de séchage. En effet, au sein d'une même couche, certaines particules ayant déjà été en contact avec la paroi et donc partiellement sèches, se trouvent en deuxième voire en troisième période, tandis que d'autres situées plus à l'intérieur de la couche sèchent encore en première période. Comme l'a souligné MOLLEKOPF (1983) il est donc plus aisé de considérer le milieu dans sa globalité et d'aborder le phénomène en terme de résistances de transfert de chaleur et de matière, l'étape limitante déterminant la vitesse globale de séchage. Bien que cette approche ne soit pas parfaitement rigoureuse, puisque les résistances de transfert ne peuvent être définies qu'en régime permanent, nous verrons par la suite qu'elle permet d'interpréter aisément les phénomènes physiques rencontrés.

Dans le cas d'une couche fixe les différentes résistances au transfert de chaleur ou de matière sont les suivantes (figure < 5.1 >) :

Résistances au transfert de chaleur

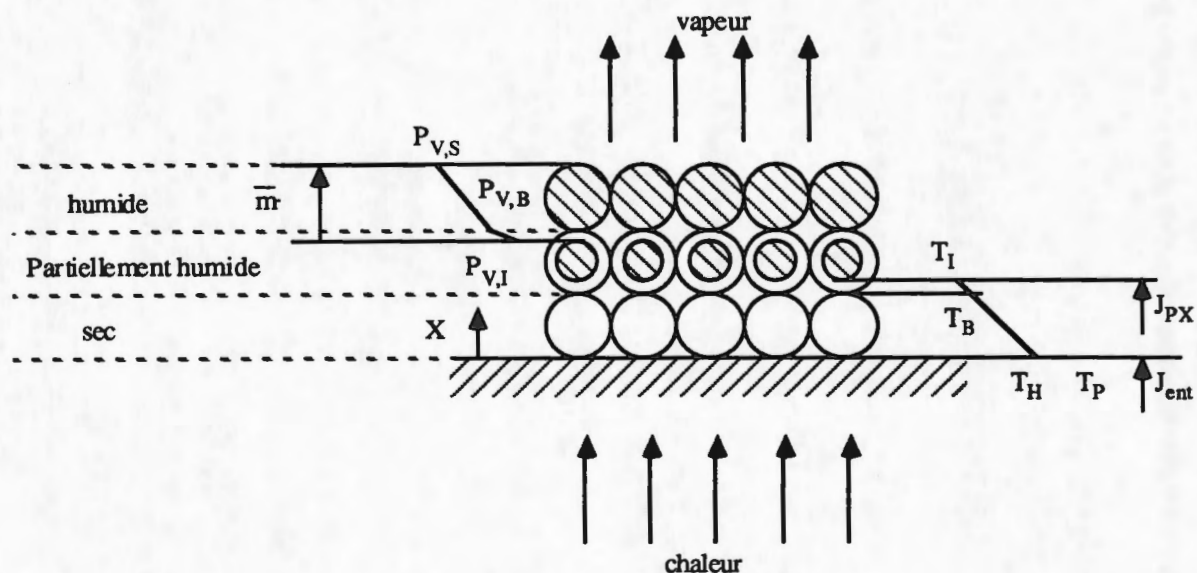
- une résistance de contact à l'interface entre la paroi chauffante et la couche granulaire notée $1/h_{pc}$; elle prend en compte la conduction et le rayonnement dans l'espace gazeux existant entre la plaque et la première couche de particules,
- une résistance de conduction au sein de la couche granulaire elle-même, notée $1/h_b$, puisque que le flux de chaleur doit traverser différentes couches de particules avant de produire l'évaporation,

- une résistance interne de conduction à l'intérieur des particules, notée $1/h_p$; elle intervient lorsque l'évaporation ne se fait plus à la surface des particules mais à l'intérieur de celles-ci; ainsi le flux de chaleur doit vaincre une résistance supplémentaire constituée par la couche sèche à la surface externe de la particule.

Résistances au transfert de matière

Le transfert de matière vers l'extérieur de la couche s'effectue le plus souvent en phase gazeuse. Les transports d'eau en phase liquide sont donc négligés. Les résistances pouvant intervenir au cours du séchage sont les suivantes :

- une résistance de diffusion de la vapeur d'eau à l'intérieur de la couche, notée $1/h_{mb}$; elle s'oppose au transport de la vapeur d'eau vers l'atmosphère extérieure,
- une résistance interne de diffusion de la vapeur d'eau à l'intérieur de la particule, notée $1/h_{mp}$, qui limite le transfert de vapeur vers la surface externe des particules.



Transfert de chaleur

$$\begin{aligned} \text{Contact :} & \quad 1/h_{pc} = (T_P - T_H)/J_{ent} \\ \text{Conduction de la chaleur dans la couche :} & \quad 1/h_b = (T_H - T_B)/J_{ent} \\ \text{Conduction de la chaleur dans la particule :} & \quad 1/h_p = (T_B - T_I)/J_{px} \end{aligned}$$

Transfert de matière

$$\begin{aligned} \text{Diffusion dans la particule :} & \quad 1/h_{mp} = (P_{v,I} - P_{v,B})/\bar{m} \\ \text{Diffusion dans la couche granulaire :} & \quad 1/h_{mb} = (P_{v,B} - P_{v,S})/\bar{m} \end{aligned}$$

Figure < 5.1 > : Résistances au transfert de chaleur et de matière intervenant dans le cas du séchage par contact d'une couche granulaire au repos.

Nous allons voir par la suite comment ces différentes résistances ont été mises en évidence dans les travaux antérieurs et quelles sont celles qui doivent principalement être prises en compte.

5.3. TRANSFERT DE CHALEUR ENTRE UNE PAROI CHAUDE ET UN MILIEU GRANULAIRE SEC AGITE

Le transfert de chaleur entre une paroi chaude et une couche granulaire en mouvement par rapport à celle-ci a été étudié par de nombreux auteurs. Ces travaux avaient pour but de déterminer empiriquement un coefficient de transfert global entre la paroi et le produit. Ils montrent de manière générale que ce coefficient augmente proportionnellement à la racine carrée de la vitesse relative du produit lorsque le temps de contact moyen diminue, et tend vers une valeur limite finie pour des temps de contact très brefs. ERNST (1960) a été amené à introduire une résistance de contact entre la plaque et le produit pour recalculer son modèle théorique avec les résultats expérimentaux; selon cet auteur cette résistance serait due à un film de gaz séparant la paroi et la première couche de particules. BOTTERILL et al. (1967) arrivent à la même conclusion et proposent une épaisseur du film de l'ordre de 10 % du diamètre des particules. SULLIVAN et SABERSKY (1975) proposent un modèle fondé sur la théorie classique de la conduction dans un milieu continu; ces auteurs adoptent une condition à la limite qui prend en compte cette résistance de contact, résistance déterminée empiriquement en fonction de la conductivité thermique du gaz interstitiel et du diamètre des particules. Les résultats expérimentaux exprimés sous forme d'une corrélation entre le nombre de Nusselt et le nombre de Péclet sont en bon accord avec les résultats théoriques. SPELT et al. (1981) ont étendu le domaine de validité du modèle de SULLIVAN et SABERSKY en vérifiant expérimentalement ses prédictions pour des nombres de Péclet supérieurs à 5000.

La première explication physique consistant au phénomène de transfert de chaleur entre une paroi chaude et un milieu granulaire sec agité a été fournie par SCHLÜNDER (1971). Celui-ci propose d'introduire deux résistances de transfert : une résistance de conduction dans le milieu fonction du temps de contact et une résistance de contact indépendante de ce même temps de contact. Le coefficient d'échange par contact est calculé grâce à la théorie cinétique des gaz et prend en compte la conduction et le rayonnement dans l'espace gazeux existant entre la paroi et la première couche de particules. La formule proposée par SCHLÜNDER est valable pour des particules sphériques dans le cas où le libre parcours moyen des molécules de gaz est du même ordre de grandeur que l'espace gazeux, ce qui est le cas au voisinage du point de contact entre la particule et la paroi. En atmosphère normale le libre parcours moyen des molécules est très faible mais cette relation générale reste néanmoins applicable. Elle a été corrigée par GÜNES (1979) pour prendre en compte l'influence de la rugosité de la particule et de la paroi.

Elle s'exprime de la manière suivante :

$$h_{pc} = \varphi h_{pp} + (1 - \varphi) \frac{2 \lambda_a / d}{\sqrt{2} + 2(1 + \delta) / d} + h_{rad} \quad (5-1)$$

où

φ représente le taux de recouvrement de la plaque,

δ représente la rugosité de la particule,

λ_a est la conductivité thermique de la phase gazeuse (air).

h_{pp} est le coefficient de transfert de chaleur entre la paroi et la particule donné par l'équation suivante :

$$h_{pp} = \frac{4 \lambda_a}{d} \left(\left(1 + \frac{2(1 + \delta)}{d} \right) \text{Ln} \left[1 + \frac{d}{2(1 + \delta)} \right] - 1 \right) \quad (5-2)$$

l est le libre parcours modifié d'une molécule de gaz calculé grâce à la relation suivante (MOLLEKOPF et MARTIN, 1982) :

$$l = 2 \frac{2 - v}{v} \sqrt{\frac{2 \pi R T}{M}} \frac{\lambda_a}{P(2 C_{pa} - R/M)} \quad (5-3)$$

où

v représente le coefficient d'accommodation du gaz ($v \approx 0,8$),

R est la constante des gaz parfaits,

M représente la masse molaire du gaz,

C_{pa} est la chaleur massique du gaz.

Le coefficient de transfert radiatif équivalent h_{rad} est estimé grâce à une équation linéarisée de la loi de STEFAN-BOLTZMANN dans le cas de deux surfaces planes en regard, séparées par un espace de dimension négligeable devant la longueur de ces surfaces :

$$h_{rad} = \frac{4 \sigma T_{moy}^3}{\frac{1}{\epsilon'_p} + \frac{1}{\epsilon'_B} - 1} \quad (5-4)$$

avec

$$T_{moy} = (T_P + T_H) / 2$$

où

T_P est la température de la plaque,

T_H est la température de la première couche de particules,

σ est la constante de STEFAN-BOLTZMANN,

ϵ_P et ϵ_B représentent les émissivités respectives de la plaque et de la couche.

Le détail de la démonstration de l'équation (5-1) est donné en annexe2. Il convient de préciser que cette équation a été étendue par TSOTSAS (1985) aux milieux granulaires polydispersés.

Le coefficient de transfert par conduction dans le milieu au repos est calculé en résolvant l'équation de FOURIER pour un milieu continu et semi-infini en supposant la face inférieure de la couche isotherme. L'équation classique aux dérivées partielles à résoudre ainsi que les conditions initiale et aux limites s'écrivent de la manière suivante :

$$\frac{\partial T}{\partial t} = a \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} \quad (5-5)$$

Condition initiale : $T = T_B \quad t = 0 \quad z \geq 0$

Condition limite 1 : $T = T_H \quad t \geq 0 \quad z = 0$

Condition limite 2 : $T = T_B \quad t > 0 \quad z = \infty$

où a est la diffusivité thermique supposée constante du milieu exprimée en m^2s^{-1} .

La solution de ce système différentiel s'exprime par la relation :

$$\frac{T_B - T}{T_B - T_H} = \text{erf} \left(\frac{z}{\sqrt{4 a t}} \right) \quad (5-6)$$

où erf est la fonction erreur définie de la manière suivante :

$$\text{erf } y = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \int_0^y e^{-\zeta^2} d\zeta \quad (5-7)$$

Le coefficient de transfert équivalent est déterminé en calculant le flux à l'interface et en posant :

$$h_{b,t} (T_B - T_H) = -\lambda \left[\frac{\partial T}{\partial z} \right]_{x=0} = (T_B - T_H) \sqrt{\frac{\rho C_p \lambda}{\pi t}} \quad (5-8)$$

Tous calculs effectués ce coefficient de transfert équivalent $h_{b,t}$ est donné par la relation suivante :

$$h_{b,t} = \sqrt{\frac{\rho C_p \lambda}{\pi t}} \quad (5-9)$$

Le terme $b = \sqrt{\rho C_p \lambda}$ représente l'effusivité thermique du milieu et s'exprime en $Jm^{-2}K^{-1}s^{-1/2}$.

Si le processus de conduction se déroule pendant le temps de contact t_c le coefficient de transfert moyen h_b s'écrit alors :

$$h_b = \frac{1}{t_c} \int_0^{t_c} h_{b,t} dt = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \sqrt{\frac{\rho C_p \lambda}{t_c}} \quad (5-10)$$

SCHLÜNDER (1971) suppose que ces deux résistances agissent en série de sorte que le coefficient moyen global de transfert h_g entre la paroi et le produit est alors donné par la relation suivante :

$$\frac{1}{h_g} = \frac{1}{h_{pc}} + \frac{1}{h_b} \quad (5-11)$$

Cette approche des résistances partielles en série permet de définir le domaine de valeurs possibles du coefficient global de transfert h_g en fonction du temps de séjour du produit.

Comme l'illustre la figure < 5.2 >, le coefficient global de transfert h_g prend une valeur maximum égale au coefficient de transfert par contact, lorsque le mélange est parfait (milieu isotherme) et pour des temps de contact très brefs ($t_c \rightarrow 0$).

Le cas limite d'un coefficient minimum h_g est atteint dans le cas d'un milieu au repos. Dans le domaine défini par ces deux valeurs limites, le coefficient moyen augmente avec la vitesse d'agitation et tend vers une valeur finie h_∞ pour des conditions de mélange fixées. On remarque en outre qu'il existe un temps de contact critique t_k pour lequel une augmentation de la vitesse d'agitation est sans effet car, dans ces conditions, le coefficient h_g a déjà atteint sa valeur maximale; celui-ci est défini par la condition $h_b \approx h_{pc}$.

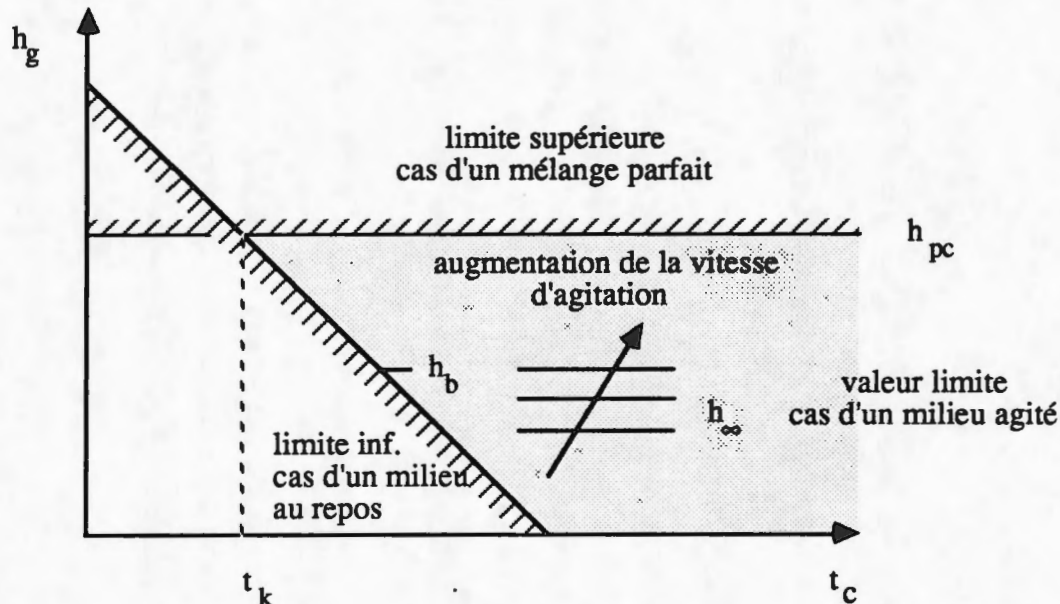


Figure < 5.2 > : Domaine de valeurs possibles pour le coefficient global de transfert de chaleur h_g

L'utilisation de ces relations repose sur l'estimation ou le calcul du temps de contact du produit avec la paroi. Or dans le cas d'une agitation mécanique le mouvement des particules est inconnu et l'on ne peut accéder qu'au seul temps de séjour du produit. Pour surmonter cette difficulté WUNSCHMANN (1974) a utilisé le modèle de pénétration introduit par HIGBIE (1935) dans le cas d'échanges gaz - liquide. Afin d'accéder au temps de contact WUNSCHMANN propose de remplacer le processus d'agitation continu par une succession de deux périodes fictives :

- une première période de contact au cours de laquelle le produit est au repos et se réchauffe par conduction,
- une seconde période de durée très brève où le milieu est parfaitement mélangé et ne se réchauffe pas.

Ainsi que l'indique la figure < 5.3 >, le coefficient de transfert global instantané $h_{g,t}$ va donc d'après ce modèle suivre une courbe d'évolution "en dents de scie" au cours d'une période de contact. Celui-ci est maximal au début de chaque période de contact puis

diminue au cours du temps avec l'augmentation de la résistance de conduction dans le milieu, appelée résistance de pénétration.

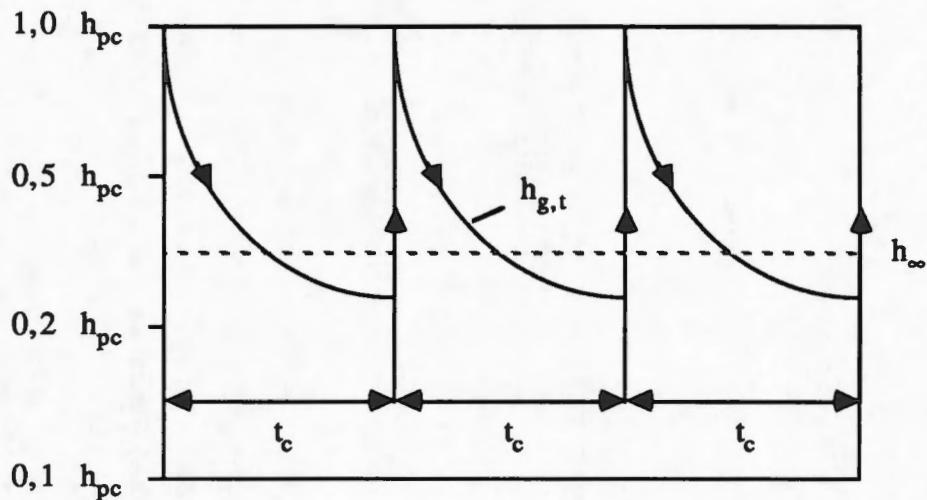


Figure < 5.3 > : Evolution temporelle du coefficient de transfert global instantané au cours d'une période de contact.

Le temps de contact fictif t_c est alors déterminé à l'aide de la relation suivante :

$$t_c = \frac{N_{mix}}{Z} \quad (5-12)$$

où Z est la vitesse de rotation de l'agitateur,
 N_{mix} un nombre empirique qui caractérise l'agitation mécanique du système.

Au sens du modèle de la pénétration de la chaleur ce nombre indique simplement le nombre de tours de l'agitateur nécessaires pour obtenir un mélange parfait. Il dépend du type d'appareil, du système d'agitation, des propriétés mécaniques du produit et de la fréquence d'agitation.

La validité de cette approche a été vérifiée par SCHLÜNDER (1984) en reprenant les résultats expérimentaux de ERNST (1960), SULLIVAN et SABERSKY (1975), et de WUNSCHMANN (1974). Il a pu ainsi déterminer un ordre de grandeur du nombre N_{mix} qui est d'environ 20 pour les appareils utilisés. MOLLEKOPF (1983) dans le cadre de ses travaux sur le séchage par contact sous vide a corrélié N_{mix} avec le nombre de FROUDE pour trois types d'appareils à l'aide de relations du type :

$$N_{mix} = B_3 Fr^{B_4} \quad (5-13)$$

dans laquelle le nombre de FROUDE Fr s'écrit :

$$Fr = \frac{(2 \pi f)^2 D}{2 g} \quad (5-14)$$

où D est le diamètre du disque ou du tambour,
 f représente la fréquence de rotation de l'agitateur.

Les valeurs expérimentales des coefficients B_3 et B_4 sont rassemblées dans le tableau [5.1].

Tableau [5.1] : Valeurs des coefficients B_3 et B_4 pour différents types de séchoirs.

Type de séchoir	B_3	B_4
plaque	25	0,2
tambour rotatif	16	0,2
pales rotatives	9	0,05

5.4. SECHAGE PAR CONTACT D'UN MILIEU GRANULAIRE AGITE

Tout ce qui a été vu précédemment s'applique exclusivement à un milieu sec ou très faiblement humide. En effet, dans ce cas il est clair que seules les résistances de contact et de pénétration dans la couche jouent un rôle limitant pour le transfert de chaleur. Le problème se complique pour le séchage d'un produit granulaire humide; en toute rigueur il faut alors considérer toutes les résistances citées au paragraphe / 5.2 /. Comme le souligne TSOTSAS (1985) dans le cas d'un milieu granulaire humide au repos ces résistances sont toutes disposées en série, tandis qu'en présence d'une agitation des particules, on peut s'attendre à une répartition différente de ces résistances, partiellement en série partiellement en parallèle, en raison de la répartition aléatoire des particules sèches et humides au sein de la couche de produit. Néanmoins, il faut signaler un certain nombre de cas où certaines de ces résistances vont devenir négligeables.

En dehors de la résistance de contact toutes les autres résistances sont susceptibles de s'annuler. Si le transfert de chaleur est limitant, la vitesse maximale de séchage sera obtenue en ne prenant en compte que la seule résistance de contact.

Ceci n'est possible que lorsque le milieu est isotherme c'est à dire lorsqu'il n'existe aucune zone sèche, ni dans les particules ni dans la couche entière.

Les résistances internes des particules peuvent disparaître quand la partie externe de la particule est humide et que celle-ci est isotherme. L'évaporation n'a plus lieu à l'intérieur des particules mais à leur surface extérieure. Ce cas de figure peut se rencontrer au début

du séchage (forte humidité interne des particules) et dans le cas d'un séchage intermittent, le temps de relaxation permettant aux profils de température et d'humidité de s'équilibrer.

La résistance de pénétration dans le milieu devient négligeable lorsque la couche est isotherme, par exemple au début du séchage, dans le cas d'un mélange parfait.

La résistance à la diffusion de vapeur au sein de la couche ne peut s'annuler qu'au début du séchage. Celle-ci est généralement de moindre importance car l'agitation permet de faciliter le transport de vapeur vers la surface. En règle générale elle est négligée.

Outre la résistance de contact, les seules résistances à prendre en considération dans l'hypothèse d'un mélange parfait sont les résistances internes des particules. La courbe de séchage de la couche pourra dans ce cas précis être assimilée à la courbe de séchage de la seule particule.

Le séchage d'un milieu granulaire agité présente la particularité d'être intermittent. Cette caractéristique importante a permis à de nombreux auteurs de négliger les résistances internes des particules et de considérer les transferts de manière globale dans la couche. Il faut néanmoins souligner que la transposition de la résistance de pénétration d'un milieu sec à un milieu humide n'est pas aussi simple qu'il y paraît car celle-ci va évidemment dépendre de l'humidité du produit.

5.5. MODELES DE SECHAGE PAR CONTACT SOUS VIDE

La majorité des travaux de modélisation a porté sur le séchage sous vide, lorsqu'aucun échange convectif n'existe à la surface supérieure de la couche.

Les trois premiers modèles visant à déterminer les cinétiques de séchage d'une couche de produit granulaire humide ont été établis en considérant principalement les résistances internes des particules.

Le modèle de GÜNES (1979) est basé sur l'hypothèse que la couche entière se comporte comme une seule particule. Le séchage de la particule est décrit par un modèle à front d'évaporation radial se déplaçant à l'intérieur de la particule. La pellicule extérieure sèche constitue une résistance à la conduction et à la diffusion. L'influence de la vitesse d'agitation sur la courbe de séchage est prise en compte grâce à une fonction de corrélation empirique.

Comme le signale MOLLEKOPF (1983) GÜNES n'obtient une bonne concordance avec ses propres résultats expérimentaux qu'en sous-estimant la conductivité thermique de la pellicule de particule sèche.

GÜNES et SCHLÜNDER (1980) partent de l'hypothèse que le transfert de chaleur dans la couche de produit humide et dans la couche sèche obéissent aux mêmes processus.

La seule différence réside dans le fait que le flux de chaleur transmis au milieu sert non seulement à accroître sa chaleur sensible, mais également à évaporer l'eau. Leur analyse est fondée sur des observations expérimentales indiquant une influence quasiment nulle de la vitesse d'agitation aux fortes humidités alors qu'en fin de séchage cette influence est très marquée. Pour rendre compte de ces observations (cf équation (5-10)), ils considèrent une chaleur massique équivalente de la couche qui s'exprime de la manière suivante :

$$C_{ph} = C_{ps} + \Delta H_V \frac{dX}{dT_B} \quad (5-15)$$

où

C_{ph} et C_{ps} sont respectivement les chaleurs massiques du produit humide et du produit sec,

ΔH_V représente la chaleur latente d'évaporation de l'eau pure.

Le rapport dX/dT_B est déterminé en calculant le profil de température supposé quasi-stationnaire dans la pellicule de particule déjà sèche grâce à un modèle à front d'évaporation. La résistance de diffusion interne des particules est négligée. A l'image du modèle précédent la concordance avec les valeurs expérimentales de GÜNES (1979) est approximative même en sous-estimant la conductivité thermique de la pellicule sèche.

SCHLÜNDER (1981) propose alors de relier la chaleur massique et la conductivité thermique effectives de la couche humide à celles du milieu sec grâce à une relation empirique, fonction du rapport de l'humidité au temps t quelconque à l'humidité initiale, noté X/X_0 . Les résistances internes des particules sont prises en compte grâce à l'introduction des courbes de séchage intrinsèques des particules. Néanmoins, l'innovation de ce modèle réside dans le fait que le processus de transmission de chaleur est considéré dans la couche entière plutôt que dans les particules elles-mêmes.

MOLLEKOPF (1983) souligne que ces trois méthodes de calcul prédisent des vitesses de séchage trop élevées pour les particules de faible taille et aux faibles teneurs en eau. Ceci peut s'expliquer par une sous-estimation de la résistance de pénétration de chaleur dans la couche. En effet, dans le cas de grosses particules la résistance de contact va être déterminante pour le transfert de chaleur et ainsi occulter l'influence de la résistance de pénétration. Pour des particules de faible taille la résistance de contact est bien plus faible et c'est alors la résistance de pénétration qui devient déterminante. La même explication peut être fournie pour les faibles teneurs en eau puisque la résistance de pénétration croît fortement au fur et à mesure que l'humidité diminue.

Toutes ces considérations ont conduit à de nouveaux modèles dérivés des travaux de MOLLEKOPF (1983). D'après cet auteur le défaut du modèle de SCHLÜNDER dans le domaine des faibles granulométries et des faibles humidités est lié au fait que les particules sont complètement sèches à l'issue d'une seule période de contact.

La couche est donc un ensemble de particules sèches et chaudes ($T > T_{\text{sat}}$) et de particules humides et plus froides ($T = T_{\text{sat}}$). Les particules sèches sont en outre situées à proximité de la paroi chaude constituant une résistance de pénétration importante. Sur la base de ces observations et en s'appuyant sur le modèle de pénétration de WUNSCHMANN, MOLLEKOPF aboutit à un modèle fondé sur l'existence d'une résistance de contact et d'une résistance de pénétration dans la couche supposée continue et homogène. Le séchage des particules à l'intérieur de la couche est décrit par un modèle à front d'évaporation plan et parallèle à la paroi. Au cours d'une période de contact, les couches de particules déjà traversées par le front, et donc déjà sèches, constituent une résistance de pénétration de la chaleur. Celle-ci est calculée grâce à l'équation de FOURIER en supposant que la couche de particules en contact avec la paroi est isotherme.

De plus MOLLEKOPF a observé au cours d'essais expérimentaux de séchage de billes de silicate de magnésium de 6 mm de diamètre, que les résistances internes des particules sont négligeables. En exploitant ses propres mesures ainsi que celles de GÜNES (1979) il met en évidence la bonne concordance entre les cinétiques expérimentales et celles prédites par le modèle. SCHLÜNDER et MOLLEKOPF (1984) ont montré la bonne adéquation du modèle aux résultats expérimentaux de GÜNES (1979); cette dernière approche a été utilisée récemment par SZTABERT (1989) pour dimensionner différents séchoirs par contact.

Suite aux recherches de MOLLEKOPF, TSOTSAS (1985) a encore élargi le domaine d'application du modèle en l'étendant aux milieux polydispersés et hygroscopiques.

Pour les amas constitués de particules de taille différentes, TSOTSAS (1985) a tout d'abord proposé des formules de calcul de la porosité et du coefficient de transfert par contact. Des mesures expérimentales réalisées sur le mélange de couches polydispersées ont montré qu'une stratification de la couche s'effectuait en fonction de la taille des particules, les fractions de plus faible taille restant globalement au voisinage proche de la paroi et séchant en priorité. Partant de cette constatation, TSOTSAS a proposé deux modèles permettant de décrire les cinétiques de séchage.

Le premier suppose une stratification idéale en deux fractions granulaires séparées par une surface adiabatique et qui sèchent de manière séquentielle. Les seuls points de contact entre les deux fractions granulaires se situent le long de cette surface. Le calcul est ensuite réalisé dans chaque domaine ainsi défini grâce au modèle à front d'évaporation de MOLLEKOPF.

L'autre méthode est basée sur une répartition granulométrique dépendant des coordonnées d'espace. Considérant qu'il n'existe aucune solution analytique pour déterminer le coefficient de pénétration dans la couche, on fait l'hypothèse que la chaleur sensible consommée est négligeable. La position du front de vaporisation est calculée en intégrant l'équation de bilan thermique de la couche (méthode quasi-stationnaire). Les fonctions de

répartition de la granulométrie suivant les coordonnées spatiales sont considérées comme des paramètres d'ajustement du modèle.

Pour prendre en compte l'hygroscopicité du produit cet auteur a déterminé une nouvelle capacité calorifique du milieu intégrant l'enthalpie de désorption. Après quelques simplifications cette capacité calorifique modifiée s'écrit de la manière suivante :

$$C_{\text{Phyg}} = C_{\text{Ps}} + C_{\text{Pe}} X_{\text{hyg}} - \Delta H_T \frac{dX_{\text{hyg}}}{dT_B} \quad (5-16)$$

où

C_{Phyg} , C_{Ps} et C_{Pe} sont respectivement les chaleurs massiques du produit contenant de l'eau liée (hygroscopique), du produit anhydre et de l'eau pure,
 X_{hyg} représente la teneur en eau hygroscopique du produit,
 ΔH_T la chaleur latente d'évaporation totale de l'eau liée.

Le rapport dX_{hyg}/dT est donné par l'isobare de désorption à la pression de vide considérée. Pour chaque période de contact l'isobare est linéarisé de sorte que dX_{hyg}/dT reste constant. Le modèle de front d'évaporation est appliqué tant que le produit contient de l'eau libre. Dès que la couche ne contient plus que de l'eau liée hygroscopique, le calcul des flux de chaleur est effectué en considérant le milieu comme fini. La teneur en eau après une période de contact est donnée par l'isobare de désorption à la température moyenne de couche calculée.

Comme nous l'avons déjà signalé ces différents modèles ont été établis dans le cas d'un séchage sous vide. La vapeur émise à l'intérieur de la couche est instantanément absorbée par la pompe à vide et on peut à juste titre négliger tout phénomène de convection à la surface de la couche. Ainsi le flux massique de vapeur peut il être calculé simplement à partir du bilan énergétique de la couche. A ce jour le seul modèle existant dans le cas d'une atmosphère normale de gaz inerte a été proposé par TSOTSAS et SCHLÜNDER (1986). C'est ce modèle que nous nous proposons d'étudier de manière détaillée au paragraphe suivant.

5.6. MODELE DE SECHAGE PAR CONTACT EN ATMOSPHERE NORMALE

Par atmosphère normale nous entendons une atmosphère d'air et de vapeur d'eau dont la pression totale est la pression atmosphérique. Le modèle qui suit a été établi sur la base des travaux cités précédemment pour un produit non hygroscopique. L'hygroscopicité éventuelle du produit sera étudié par la suite.

5.6.1 Hypothèses

L'hypothèse fondamentale de ce modèle pour ce qui concerne le transfert de chaleur est que l'on peut appliquer le théorie de la pénétration comme l'a proposé WUNSCHMANN (1974).

Ceci implique que :

- le processus continu d'agitation est représenté par une succession de périodes de contact et de périodes de mélange parfait et instantané. Au début de chaque période de contact, aucun profil de température et d'humidité n'existe dans la couche,
- pendant une période de contact de durée t_c la couche reçoit de la chaleur par conduction et aucun séchage ne se produit aux interfaces paroi/couche et couche/atmosphère ambiante,
- la couche est un milieu continu semi-infini dont la surface inférieure est à température constante T_H (condition à la limite du premier ordre).

Les hypothèses supplémentaires suivantes sont faites :

- le séchage est intermittent et l'on néglige les résistances internes des particules,
- la paroi est sèche durant tout le séchage,
- il n'existe aucun gradient de pression totale dans la couche,
- la pression de saturation règne à la surface supérieure de la couche.

5.6.2. Principe

Durant une période de contact donnée i , la paroi chaude est considérée comme une source de chaleur et la surface supérieure de la couche comme un puits de chaleur. Le flux de chaleur J_{ent} se propageant à partir de la paroi et entrant dans la couche va être consommé sous trois formes (voir figure < 5.4 >) :

- un flux de chaleur sensible J_{sen} conduisant à l'élévation de la température du produit,
- un flux de chaleur latente J_{lat} servant à l'évaporation de l'eau ,
- un flux de déperdition de chaleur J_{dep} de la surface de la couche vers l'atmosphère ambiante.

Le bilan énergétique global au cours d'une période de contact peut donc s'écrire de la manière suivante :

$$J_{\text{ent}} = J_{\text{sen}} + J_{\text{lat}} + J_{\text{dep}} \quad (5-17)$$

La partie de flux entrant non consommé sous forme sensible notée J_{sor} se propage jusqu'à la surface supérieure de la couche. Une partie de ce flux notée J_{lat} va fournir la chaleur latente d'évaporation tandis que le reste quitte la couche sous forme d'un flux de déperditions J_{dep} .

Les bilans énergétiques partiels résultant de ces hypothèses sont les suivants :

$$J_{\text{ent}} = J_{\text{sen}} + J_{\text{sor}} \quad (5-18)$$

$$J_{\text{sor}} = J_{\text{lat}} + J_{\text{dep}} \quad (5-19)$$

Si l'on appelle respectivement T_P , T_H , $T_{B,i}$, T_S et T_A les températures de la plaque, de la première couche de particules, de la couche pour la période de contact i , de la surface supérieure de la couche et de l'air ambiant, le profil de température dans la couche s'établit comme indiqué sur la figure <5.4>.

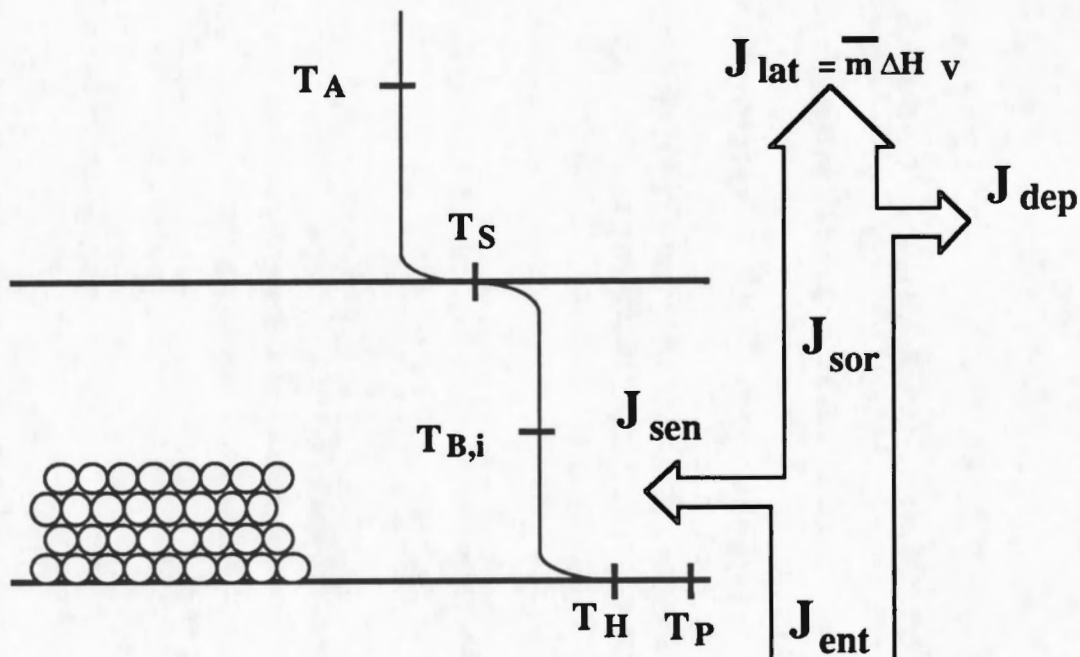


Figure < 5.4 > : Flux de chaleurs et profils de température dans la couche pendant une période de contact.

Il s'agit maintenant d'évaluer les densités de flux de chaleur et de matière mis en évidence.

5.6.3. Expressions des densités de flux

5.6.3.1. Densités de flux de chaleur

Par unité de surface de plaque, la densité de flux de chaleur sensible consommé peut être calculée grâce à la relation suivante :

$$J_{\text{sen}} = (\rho C_p)_{b,h} L \frac{dT_B}{dt} \quad (5-20)$$

En considérant une période de contact i , le terme dT_B/dt peut être approché grâce à l'équation suivante :

$$\frac{dT_B}{dt} = \frac{T_{B,i+1} - T_{B,i}}{t_c} \quad (5-21)$$

où $T_{B,i}$ et $T_{B,i+1}$ sont respectivement les températures de la couche au début et à la fin de la période de contact i ,
 t_c représente le temps de contact fictif.

Le terme $(\rho C_p)_{b,h}$ est la capacité calorifique de la couche humide; elle peut être déterminée à l'aide de la relation suivante :

$$(\rho C_p)_{b,h} = (C_{p_{b,s}} + X_i C_{p_e}) \rho_{b,s} \quad (5-22)$$

où $\rho_{b,s}$ et $C_{p_{b,s}}$ sont respectivement la masse volumique et la chaleur massique de la couche sèche,
 C_{p_e} est la chaleur massique de l'eau pure
 X_i représente le rapport massique en eau de la couche pour la période de contact i .

La densité de flux de chaleur latente J_{lat} sera donnée par l'équation suivante :

$$J_{\text{lat}} = \bar{m} \Delta H_V \quad (5-23)$$

où \bar{m} est la densité de flux massique d'évaporation (vitesse de séchage),
 ΔH_V la chaleur latente d'évaporation de l'eau pure.

Les autres densités de flux de chaleur peuvent être exprimées simplement en fonction des coefficients de transfert de chaleur. A partir du bilan des flux présenté au paragraphe précédent on peut considérer les coefficients de transfert de chaleur suivants :

- h_{pc} le coefficient de transfert par contact entre la paroi et la première couche de particules,
- $h_{b,h}$ le coefficient de transfert par conduction dans la couche de particules humides,
- h_{co} le coefficient de transfert convectif entre la surface de la couche et l'atmosphère ambiante,
- h_{ra} est le coefficient de transfert radiatif équivalent entre la surface de la couche et l'atmosphère ambiante.

Il faut souligner que les résistances de transfert entre la paroi et la première couche de particule d'une part et de pénétration dans la couche d'autre part sont supposées agir en série. La densité de flux de chaleur entrant J_{ent} peut donc être calculée indifféremment à l'aide de l'une des équations (5-24) à (5-26) :

$$J_{ent} = h_{pc} (T_P - T_H) \quad (5-24)$$

$$J_{ent} = h_{b,h} (T_H - T_{B,i}) \quad (5-25)$$

$$J_{ent} = h_g (T_P - T_{B,i}) \quad (5-26)$$

où h_g est le coefficient de transfert global moyen défini par l'équation (5-11).

Les densités de flux J_{sor} et J_{dep} sont données par les relations suivantes :

$$J_{sor} = h_{b,h} (T_{B,i} - T_S) \quad (5-27)$$

$$J_{dep} = (h_{co} + h_{ra}) (T_S - T_A) \quad (5-28)$$

5.6.3.2. Densité de flux d'évaporation

La densité de flux massique d'évaporation \bar{m} est calculée à l'aide de la relation suivante dérivée de la théorie du film (BIRD et al, 1960) :

$$\bar{m} = \frac{h_{co}}{C_{p_a}} \frac{M_e}{M_a} \text{Ln} \left[\frac{P_T - P_{V,A}}{P_T - P_{V,S}} \right] \quad (5-29)$$

- où P_T est la pression totale de l'atmosphère ambiante,
- $P_{V,A}$ la pression partielle de vapeur d'eau dans l'air hors de la couche limite,
- $P_{V,S}$ la pression partielle de vapeur d'eau à la surface de la couche,
- M_e et M_a sont respectivement les masses molaires de l'eau et de l'air,
- C_{p_a} la chaleur massique de l'air humide hors de la couche limite.

Dans le cas de produits non hygroscopiques, $P_{V,s}$ est généralement prise égale à la pression de vapeur saturante P_{sat} à la température de surface de la couche.

La pression de vapeur saturante peut être estimée grâce à l'équation d'Antoine qui s'écrit de la manière suivante :

$$P_{sat} = \exp \left(23,462 - \frac{3978,205}{T - 39,81} \right) \quad (5-30)$$

où P_{sat} s'exprime en Pa et T en K.

5.6.3.3. Estimation des coefficients de transfert de chaleur

Le coefficient de transfert par contact h_{pc} est donné par les équations (5-1) à (5-4) présentées au paragraphe / 5.3 /.

Le coefficient de pénétration de la chaleur dans la couche de produit humide $h_{b,h}$ est calculé à l'aide de l'équation (5-10) en remplaçant l'effusivité thermique du milieu sec $b_{b,s}$ par celle de la couche humide $b_{b,h}$. Le terme $(\rho C_p)_{b,h}$ est calculé à l'aide de l'équation (5-22). Comme nous l'avons mentionné au paragraphe / 4.3./ , l'estimation de la conductivité thermique de la couche granulaire humide $\lambda_{b,h}$ est assez délicate. L'utilisation du modèle de ZEHNER (1972) et BAUER (1977) modifié comme indiqué en annexe 1 permet généralement d'évaluer celle-ci avec une précision suffisante.

Le coefficient de transfert de chaleur radiatif h_{ra} est évalué à l'aide de la relation suivante :

$$h_{ra} = \frac{\epsilon'_B \sigma (T_S^4 - T_A^4)}{T_S - T_A} \quad (5-31)$$

où ϵ'_B est l'émissivité de la couche.

Le coefficient de transfert convectif h_{co} est évalué en calculant le nombre de Nusselt Nu dans le cas d'un phénomène de convection mixte (naturelle et forcée) autour d'une plaque plane en utilisant la formule suivante :

$$Nu = k' \frac{h_{co} D}{\lambda_a} \quad (5-32)$$

Le paramètre k' est un coefficient correcteur tenant compte des irrégularités de surface de la couche et de la forme de la plaque. SCHLÜNDER et TSOTSAS (1988) ont signalé que ce coefficient devait être déterminé par expérience. A titre indicatif k' prend la valeur 1,5 pour une plaque circulaire et 1,75 pour une couronne circulaire.

TSOTSAS et SCHLÜNDER (1986) ont également fourni une méthode de calcul du nombre de Nusselt qui est présentée en annexe 3.

5.6.4. Cas des produits hygroscopiques

Le comportement hygroscopique du produit va avoir deux conséquences sur les phénomènes de transfert :

Tout d'abord la pression partielle de vapeur d'eau à l'intérieur et à la surface de la couche ne sera plus égale à la pression de vapeur saturante. A l'équilibre de désorption elle sera réduite proportionnellement à l'activité de l'eau a_w dans le produit. La valeur de a_w à la température du produit et pour une teneur en eau d'équilibre fixée sera déterminée à l'aide de l'isotherme de désorption caractéristique du produit séché.

Dans ces conditions, la pression partielle de vapeur d'eau à la surface de la couche peut s'écrire de la façon suivante :

$$P_{V,S} = P_{\text{sat}} a_w \quad (5-33)$$

où P_{sat} est la pression de vapeur saturante de l'eau pure à la température considérée.

Par ailleurs, pour évaporer l'eau adsorbée une quantité supplémentaire de chaleur ΔH_{des} devra être ajoutée à la chaleur d'évaporation. L'enthalpie totale d'évaporation de l'eau sorbée sera donc exprimée par la relation suivante :

$$\Delta H_T = \Delta H_V + \Delta H_{\text{des}} \quad (5-34)$$

Au niveau du modèle, l'hygroscopicité du produit sera prise en compte en utilisant l'équation (5-33) pour déterminer $P_{V,S}$ (équation (5-29)) et en remplaçant ΔH_V par ΔH_T dans l'équation (5-23).

5.6.5. Mise en oeuvre et utilisation pratique du modèle

Ce modèle est d'une utilisation très simple et ne requiert qu'un ordinateur de faible capacité. Outre les propriétés physiques du produit il ne nécessite que la connaissance des conditions aux limites et initiale de température et d'humidité (T_P , T_A , $T_{B,0}$, P_v , X_0), ainsi que la vitesse de l'air et la vitesse de rotation de l'agitateur Z . Le nombre N_{mix} est un paramètre d'ajustement dont la valeur initiale peut être prise égale à 10 en première approximation.

Il permet de calculer l'évolution en fonction du temps de la teneur en eau, de la température moyenne de couche ainsi que de la vitesse de séchage. L'échelle de temps est divisée en périodes de contact de durée t_c définie par l'équation (5-12). Au cours d'une période de contact t_c le calcul est mené conformément à l'organigramme présenté sur la figure <5.5>.

Le calcul des températures de la première couche de particules T_H et de surface T_S est réalisé en résolvant respectivement les équations (5-35) et (5-36) par approximations successives :

$$h_{pc} (T_P - T_H) = h_{b,h} (T_H - T_{B,i}) \quad (5-35)$$

$$h_{b,h} (T_{B,i} - T_S) = \bar{m} \Delta H_T + (h_{co} + h_{ra}) (T_S - T_A) \quad (5-36)$$

Cette résolution peut se faire simplement à l'aide de la méthode de dichotomie.

Une fois le calcul des températures effectué, la vitesse de séchage et la température de la couche $T_{B,i+1}$ sont données respectivement par les équations (5-29) et (5-20). La teneur en eau de la couche à la fin de la période de contact X_{i+1} est obtenue grâce à l'équation suivante :

$$X_{i+1} = X_i - \frac{\bar{m} t_c A}{M_s} \quad (5-37)$$

où A est la surface de la plaque et M_s la masse totale de matière sèche.

Les valeurs obtenues à la fin d'une période de contact i sont utilisées comme valeurs initiales de la période $i+1$. Le calcul est ensuite poursuivi par itérations successives jusqu'à ce que la teneur en eau de la couche s'annule.

Un programme de résolution dont le listing est livré en annexe 4 a été écrit en langage Pascal.

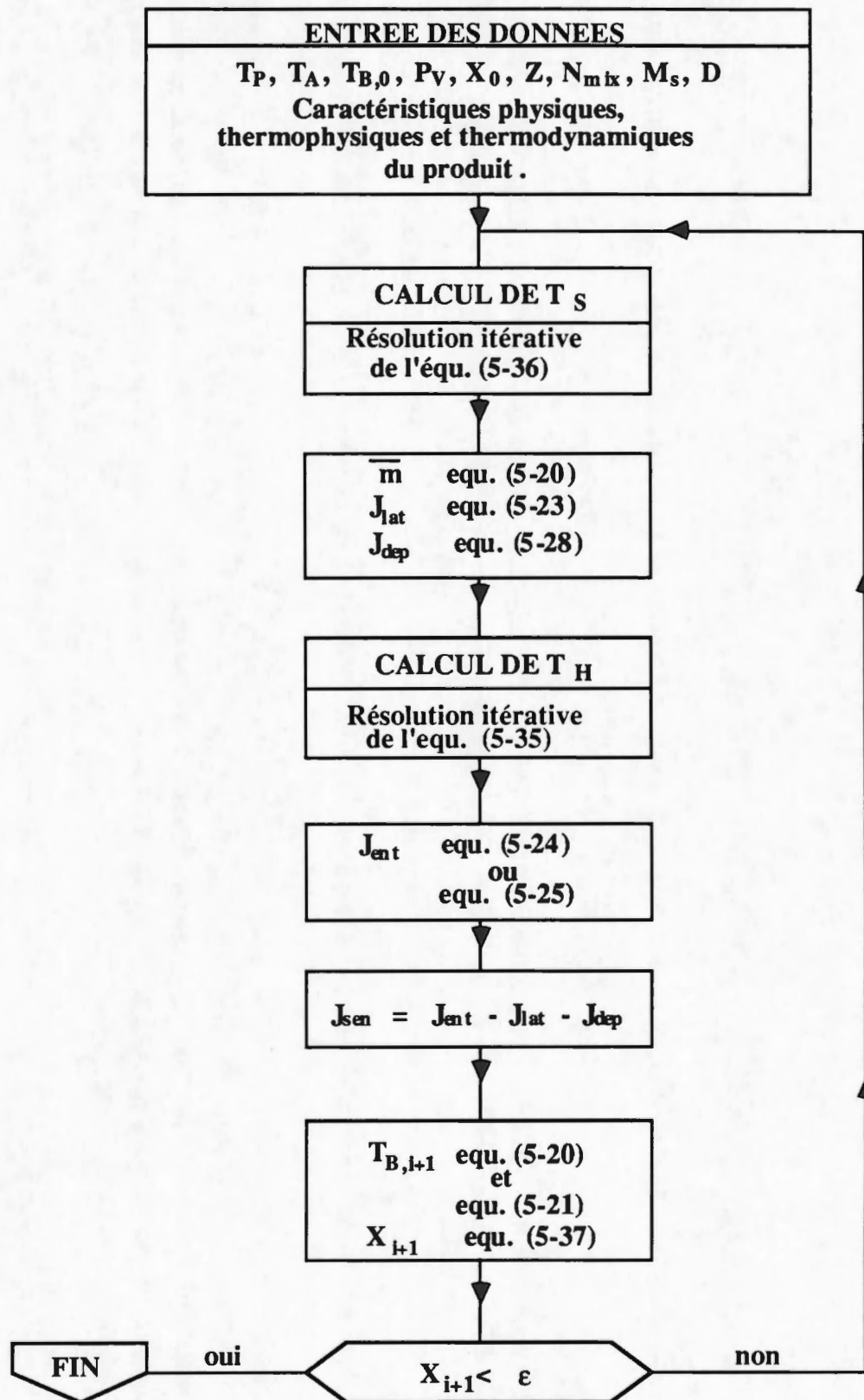


Figure < 5.5 > : Organigramme de résolution du modèle de séchage par contact.

5.6.6. Limitations du modèle

Le modèle présenté correspond au cas d'un produit granulaire s'écoulant librement, c'est à dire que les particules peuvent se déplacer librement les unes par rapport aux autres dans le mélangeur. Cette hypothèse fondamentale du modèle permet de corréler simplement le temps de contact t_c en fonction de la vitesse d'agitation Z à l'aide du nombre N_{mix} , qui est un paramètre d'ajustement. Dans le cas de produit pâteux ou visqueux ou plus simplement composés de particules adhérant entre-elles, t_c va dépendre essentiellement de l'évolution rhéologique du produit au cours du mélange, évolution qui peut présenter un caractère fortement aléatoire. Dans ces conditions le nombre N_{mix} serait une fonction de ces propriétés qui évoluent généralement avec la teneur en eau. MALHOTRA et al (1988) ont entrepris une étude systématique des conditions de mélange de produits granulaires présentant un caractère collant afin d'estimer le temps de contact du produit avec la paroi. Toutefois, il n'existe à ce jour aucune étude d'ensemble sur ce type de produit, et la restriction à des milieux granulaires s'écoulant librement est actuellement incontournable.

La deuxième limitation fondamentale de ce modèle réside dans l'hypothèse que les résistances internes des particules sont négligeables. Néanmoins, cette dernière hypothèse est pleinement justifiée si l'on considère les deux caractéristiques suivantes inhérentes à ce mode de séchage :

- la présence de particules sèches au voisinage direct de la paroi chauffante constitue une résistance de pénétration élevée en raison de sa faible conductivité thermique. Le transfert de chaleur est alors limité principalement par la résistance de pénétration. En outre, l'accumulation de particules sèches s'effectue surtout en fin de séchage lorsque les résistances internes pourraient jouer un rôle important du fait de leur faible teneur en eau interne. Dans le cas de couches de grains très grossiers la résistance de contact occulte généralement les autres résistances.
- le caractère intermittent du séchage d'une particule isolée. Pour une particule isolée le temps passé à l'intérieur de la couche est nettement supérieur au temps de contact avec la plaque. Il s'ensuit une égalisation des profils internes de température et d'humidité durant ce temps de relaxation.

Malgré ces constatations à la fois expérimentales (MOLLEKOPF, 1983) et théoriques, SCHLÜNDER et TSOTSAS (1988) ont indiqué les deux types de produits granulaires pour lesquels une influence des résistances internes pourrait intervenir :

- les produits composés de particules dont le système du réseau de pores est très fermé voire occlus; c'est le cas des produits fortement hygroscopiques ou ayant subi des croûtages ou des oxydations; ces produits peuvent alors présenter des résistances de diffusion massique élevées.
- les produits ayant une très faible conductivité thermique (PVC) induisant une forte résistance de conduction.

En dehors de ces limitations ,ce modèle est applicable à tout type de produits granulaires, pourvu que l'on connaisse ses propriétés thermophysiques. Il faut toutefois signaler que son application aux couches granulaires polydispersées est assez ardue étant donné la difficulté de calcul du coefficient de transfert par contact (TSOTSAS, 1985).

5.7. ETUDE EXPERIMENTALE

5.7.1. Matériels et méthodes

5.7.1.1. Produit modèle

Afin de vérifier la validité du modèle de séchage par contact en atmosphère normale, des essais de séchage ont été réalisés en utilisant un produit modèle; la substance a été choisie en fonction des critères suivants :

- un comportement hygroscopique marqué,
- des propriétés physiques connues et évoluant faiblement au cours du séchage (pas de retrait de la matrice solide, inerte chimiquement)

Le produit retenu est de l'alumine activée type A 2-5 fabriquée par le groupe Rhône-Poulenc. Cet adsorbant est produit par calcination d'hydrargillite ($\text{Al}_2\text{O}_3, 3\text{H}_2\text{O}$) entre 400 et 600°C. Le procédé de fabrication permet d'obtenir des billes présentant un fort volume poreux

($4,8 \cdot 10^{-4} \text{ m}^3/\text{kg}$) et une surface spécifique élevée ($3,25 \cdot 10^{-2} \text{ m}^2/\text{kg}$). Ce type d'alumine possède une double répartition de la taille des pores : 37 % du volume des pores est occupé par des petits pores de diamètre 20 Å, le reste comprenant des pores de diamètre variant entre 40 et 100 Å.

Les principales caractéristiques physiques des billes fournies par Rhône-Poulenc sont listées dans le tableau [5.2].

Tableau [5.2] - Principales caractéristiques physiques des billes d'alumine utilisées

d_p	diamètre moyen de la bille	2	mm
ρ_s	masse volumique du solide	3000	kg/m ³
ρ_{app}	masse volumique apparente de la couche	770	kg/m ³
ϵ_p	porosité interne de la bille	0,59	
ϵ_b	porosité de la couche	0,37	

La conductivité thermique moyenne du solide (alumine) a été obtenue à partir de la littérature et prise égale à $\lambda_s = 30 \text{ W/mK}$ (Techniques de l'ingénieur). La chaleur massique C_{p_s} du solide a été calculée à l'aide de la corrélation suivante :

$$C_{p_s} = 1124 + 0,1264 T - \frac{0,3415 \cdot 10^8}{T^2} \quad (5-37)$$

avec C_{p_s} en J/kgK et T en K.

Les isothermes de désorption de ces alumines sont très difficiles à trouver dans la littérature. En effet, ces courbes dépendent fortement du type d'alumine et le fabricant lui-même n'a pu nous fournir que des isothermes d'adsorption types qui n'étaient malheureusement pas utilisables pour le séchage. Nous avons donc dû déterminer nous-mêmes un isotherme de désorption représentatif à 60°C grâce à la méthode décrite au chapitre 3.

Dans ce dernier cas, des solutions salines saturées ont été employées. La courbe de désorption obtenue est présentée à la figure < 5.6 >. Une régression à l'aide du modèle G.A.B nous a permis de trouver une équation empirique décrivant cet isotherme. Les valeurs des coefficients de régression définis par l'équation (3-3) sont données dans le tableau [5.3], qui contient également l'erreur quadratique moyenne calculée.

Tableau [5.3] - Valeurs des coefficients de régression de l'équation GAB et erreur quadratique moyenne observée entre valeurs théoriques et expérimentales

T (°C)	A1	A2	A3	E.Q.M. (%)
60	- 8,72 ± 1,90	8,86 ± 1,99	1,25 ± 0,45	8,6

En raison d'un manque de temps et de l'indisponibilité du matériel, des températures plus élevées n'ont pu être explorées. Enfin, la limite hygroscopique calculée à partir des données du tableau [5.2] est de 0,47 kg/kg (b.s.).

5.7.1.2. Dispositif expérimental

Un pilote expérimental de séchage par contact a été conçu et mis au point pour établir les courbes de séchage et étudier l'influence sur la vitesse de séchage des paramètres suivants :

- vitesse d'agitation de la couche de produit,
- forme du dispositif d'agitation,
- température de la plaque chauffante.

Le schéma de principe de l'appareil expérimental est présenté à la figure < 5.7 >.

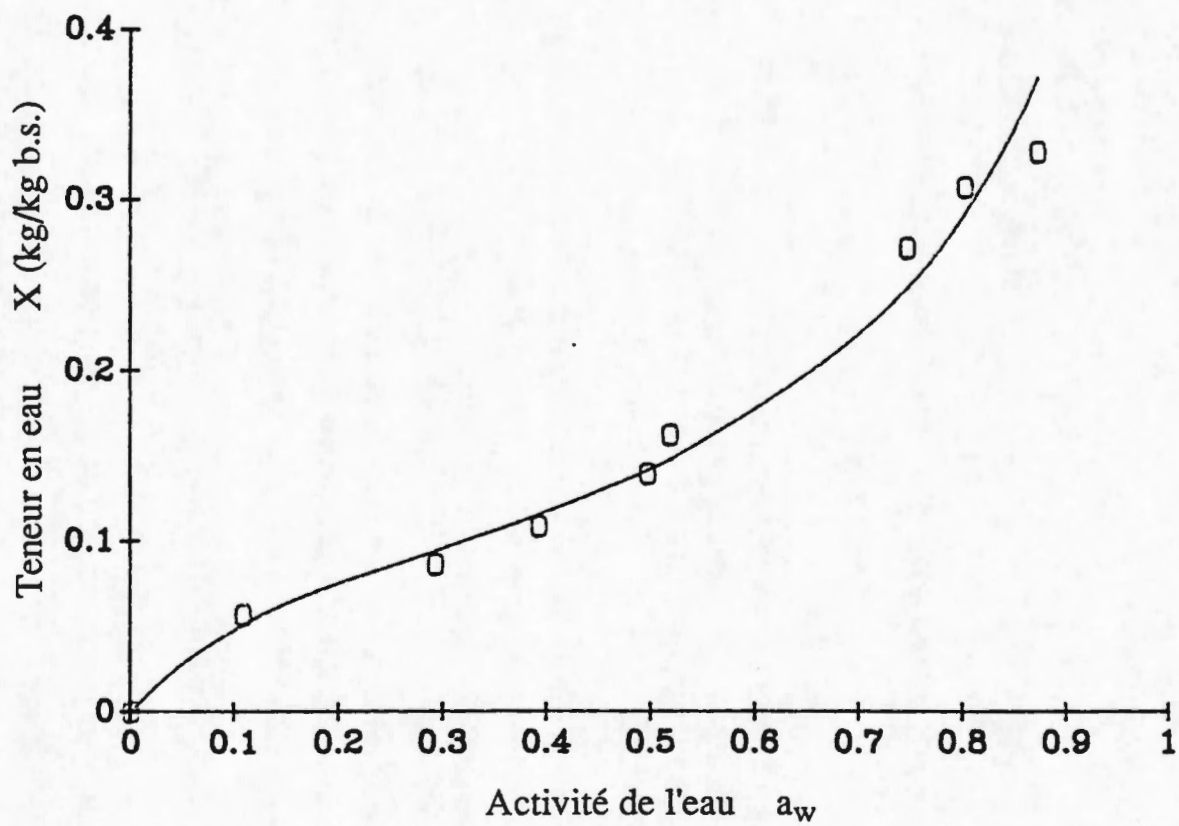


Figure < 5.6 > : Isotherme de désorption des billes d'alumine activée type A 2-5 à 60 °C.

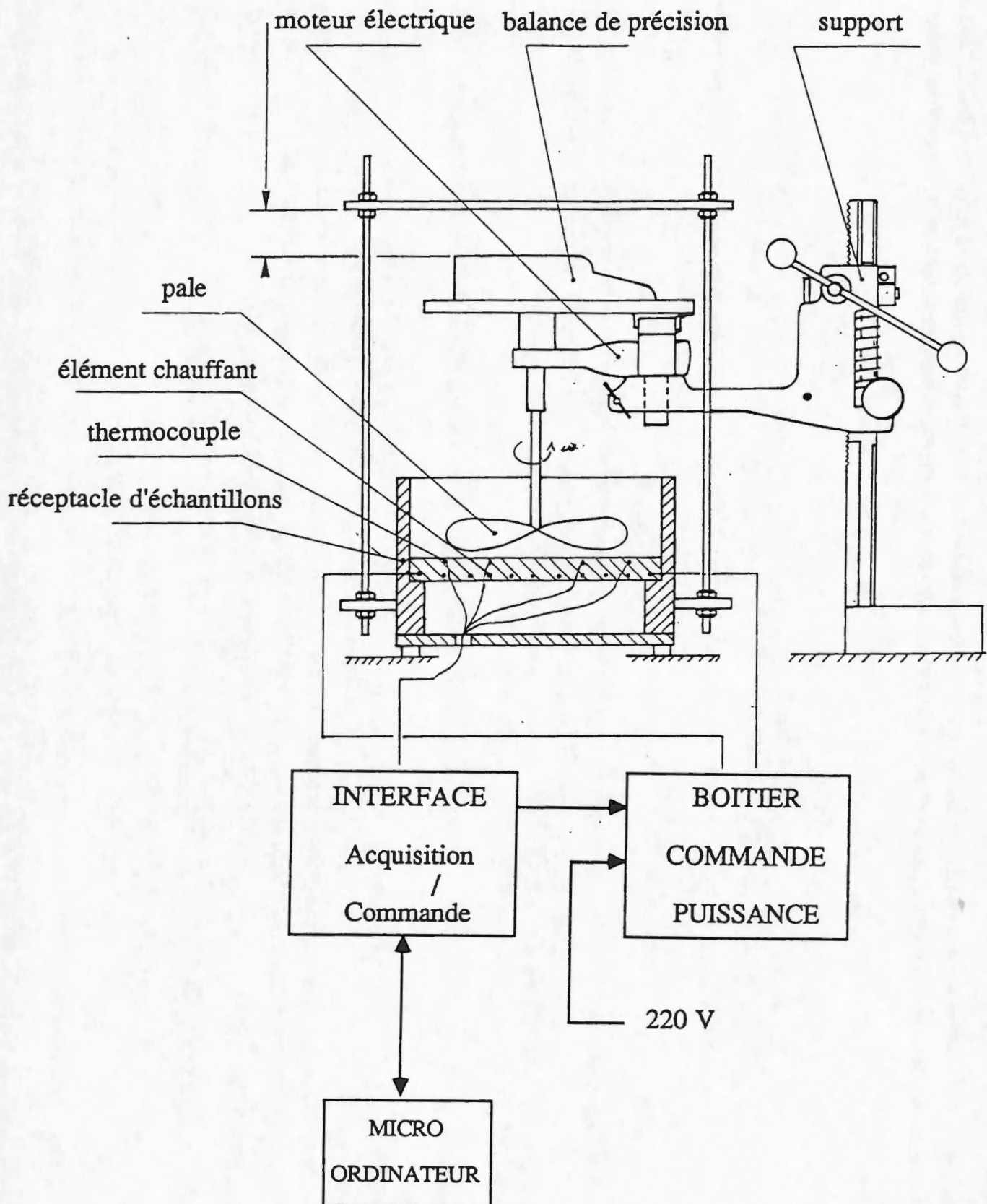


Figure < 5.7 > : Schéma de principe du montage expérimental.

Le dispositif recevant l'échantillon de produit est constitué d'un tube en polyamide résistant à une température de 140 °C dans lequel a été fixé une plaque de duralumin de 240 mm de diamètre et de 6 mm d'épaisseur, isolée à sa face inférieure. Le chauffage de la plaque est assuré par une spirale d'éléments chauffants insérée dans l'épaisseur de la plaque. La puissance installée est de 2 kW.

Trois thermocouples de diamètre 1,5 mm fixés dans des rainures radiales à 0,5 mm de la face supérieure de la plaque, permettent de mesurer la température de plaque. Ils sont reliés à un micro-ordinateur qui assure l'enregistrement des températures toutes les 5 secondes par l'intermédiaire d'un interface Solartron / Schlumberger . Un programme de régulation PID permet d'ajuster la puissance de chauffe de sorte que la température de plaque soit régulée à la température de consigne. Le circuit d'alimentation en énergie électrique est commandé par les sorties logiques de l'interface, qui agissent sur un contacteur de puissance dont la fermeture permet l'alimentation d'un redresseur et finalement des résistances chauffantes. Afin de limiter les fortes oscillations de la puissance de chauffe, un variateur de puissance a également été inséré entre le redresseur et les éléments chauffants. Le schéma électrique du système de régulation est donné à la figure < 5.8 >.

Deux thermocouples plongeant dans la couche de produit permettent une acquisition toutes les 5 secondes de la température de la couche. Un boîtier comportant deux thermocouples et un ventilateur sont utilisés pour mesurer les températures sèches et humides de l'air ambiant. Une vitesse d'air minimale de 4 m/s est assurée au niveau des capteurs de température.

Le système d'agitation a été conçu de manière à pouvoir procéder à des pesées à des intervalles de temps donnés en désolidarisant le système d'agitation de l'instrument de pesée. Il est constitué d'un moteur à vitesse variable (14 à 200 t/mn) fixé sur un support vertical. Des pales de différentes formes peuvent être adaptées pour assurer le raclage de la plaque chauffante. Une balance de portée 4300 g à $\pm 0,01$ g est posée sur un plateau solidaire du support du moteur. Elle est reliée au réceptacle d'échantillons par l'intermédiaire d'un système de tiges filetées permettant de suspendre celui-ci sous la balance lors de la pesée. La pesée est effectuée en arrêtant le moteur et en relevant le dispositif d'agitation. Des contacts électriques à mercure ont été prévus pour maintenir l'alimentation en énergie de la plaque durant la pesée. Ceci permet d'éviter toute fluctuation de la température de plaque sans affecter la précision de la pesée.

5.7.1.3. Exécution des essais et traitement des données

Les essais de séchage ont été réalisés sur environ 200 g de produit initial. Avant manipulation, les billes d'alumine sont saturées en eau et égouttées afin d'éliminer la plus grande partie de l'eau superficielle. L'humidité initiale du produit est obtenue par mesure du poids sec après étuvage à 180 °C pendant 3 h de 5 échantillons de 5 g environ. La masse de produit dans l'appareil est relevée à intervalles de temps donnés jusqu'à ce que la diminution de masse soit inférieure à 0,5 g pendant 10 minutes.

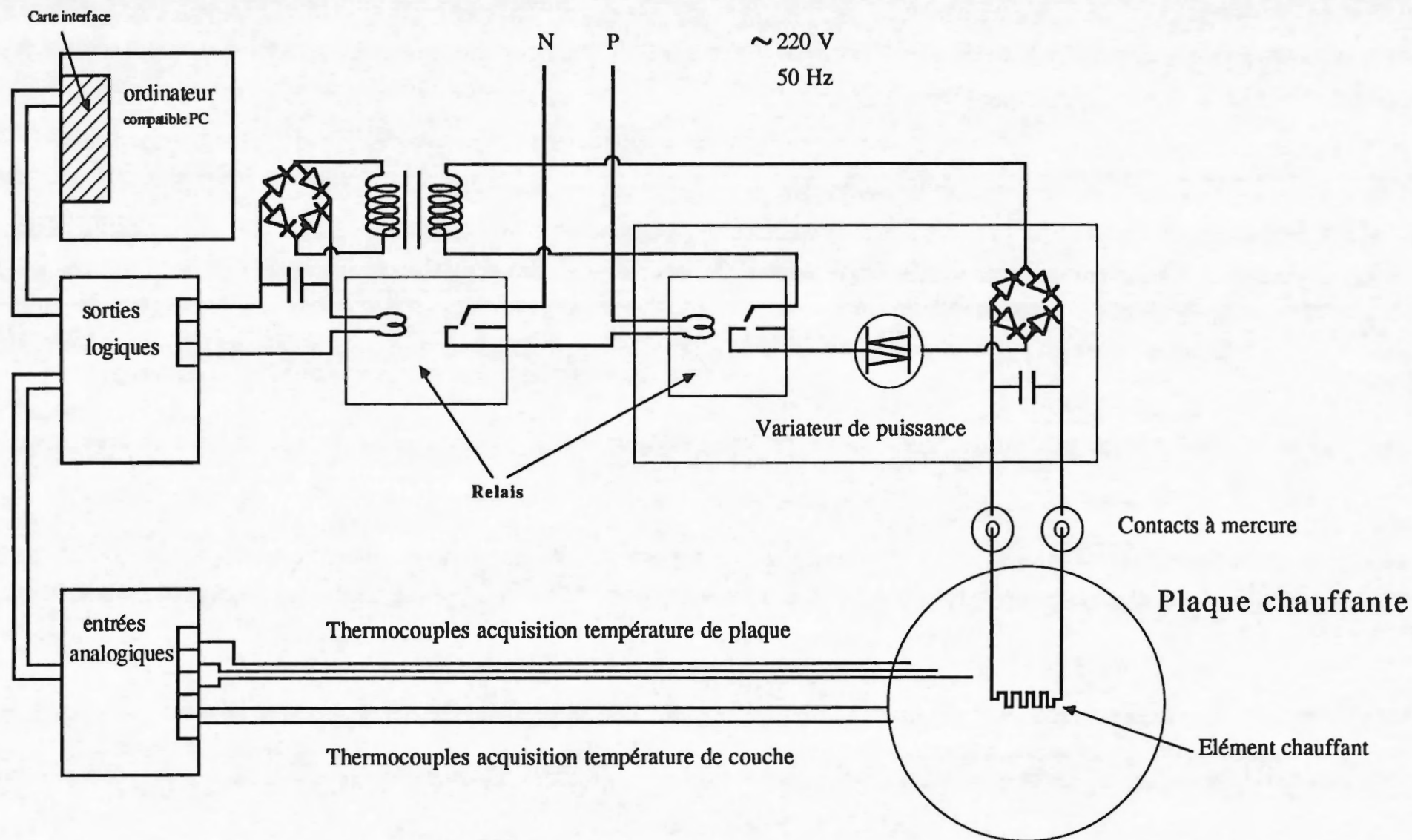


Figure < 5.8 > : schéma électrique de principe du système de régulation

La pesée durant en moyenne 15 à 20 s, l'intervalle de temps minimum s'écoulant entre deux mesures a été fixé à 2 mn. Lorsque le séchage est achevé, cinq échantillons de 5 g environ sont alors prélevés afin de déterminer l'humidité finale de la couche.

Les courbes de séchage sont calculées à l'aide de la formule suivante :

$$X_{i+1} = X_i - \frac{M_i - M_{i+1}}{M_s} \quad (5-38)$$

où X_{i+1} , X_i , M_{i+1} , M_i sont respectivement l'humidité de la couche et la masse de produit aux instants $i+1$ et i ,
 M_s est la masse de matière sèche de la couche de produit.

Le calcul est fait sur la base de l'humidité finale qui s'est révélée la plus homogène en raison du mode d'hydratation des billes.

Les vitesses de séchage - dM/dt sont obtenues par lissage des courbes $M = f(t)$. Ce lissage est réalisé par régression parabolique sur 5 points expérimentaux. La dérivée est ensuite calculée analytiquement au point central.

La température moyenne de la plaque pour un essai est calculée à l'aide des températures de plaque à chaque scrutation; ces valeurs sont obtenues par moyenne des trois valeurs données par les thermocouples. La température du produit est la moyenne des deux valeurs acquises toutes les 5 secondes.

Des essais préliminaires de séchage ont été réalisés afin de maîtriser l'utilisation du pilote expérimental et d'étudier la reproductibilité du phénomène. Neuf essais ciblés ont ensuite été conduits pour 5 températures de plaque différentes variant entre 70 et 130 °C et 4 vitesses de rotation de l'agitateur allant de 0 à 42 t/mn.

5.7.2. Résultats et discussion

Les essais préliminaires menés à différentes teneurs en eau montrent que la reproductibilité des courbes de séchage est bonne quelle que soit la température de plaque (voir figure < 5.9 >).

Les thermogrammes illustrés à la figure < 5.10 > retracent les évolutions respectives de la température de plaque T_p et de la température de la couche T_B au cours d'une expérience type. Ils montrent la fiabilité du système de régulation de température de plaque puisque les oscillations de T_p sont très réduites. On observe néanmoins une chute brutale de T_p lorsque le produit est déposé sur la plaque (cf figure < 5.10 >).

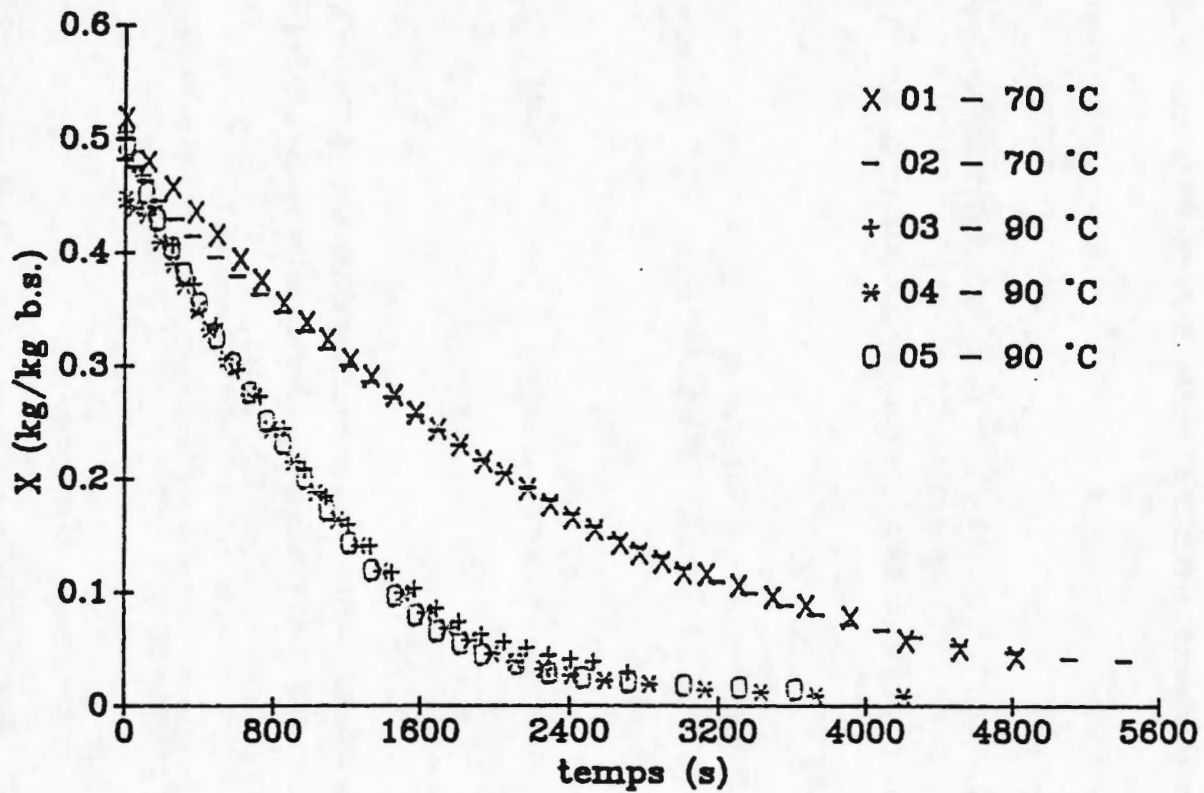


Figure < 5.9 > : Reproductibilité des courbes de séchage - $T_p = 105\text{ °C}$ - $Z = 14\text{ t/mn}$

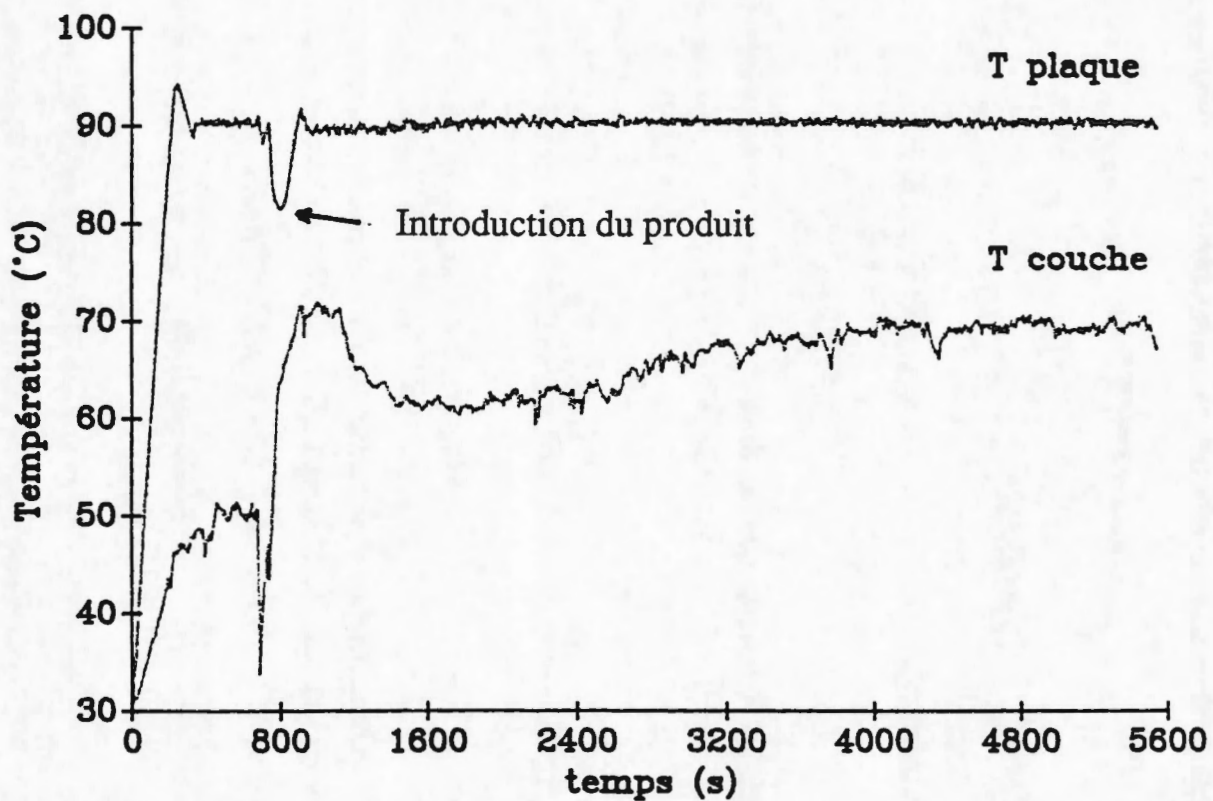


Figure < 5.10 > : Evolution temporelle des températures de la plaque et de la couche au cours d'un essai.

Celle-ci est liée au temps de réponse de la régulation et à la difficulté de fournir une puissance instantanée très importante pour compenser le flux de chaleur très élevé en début de séchage. Parallèlement, la température de la couche, proche de la température ambiante à $t = 0$, subit une forte augmentation puis se stabilise pour augmenter ensuite de manière plus régulière au fur et à mesure que le séchage avance. Cette évolution de T_P sera expliquée plus loin.

Le tableau [5.4] présente les valeurs des principales grandeurs mesurées au cours des essais. Le faible écart type σ'_{T_P} observé pour la température de plaque confirme que la condition $T_P = \text{constante}$ a été obtenue au cours des expériences réalisées. La brusque diminution de T_P en début de séchage n'a toutefois pas été prise en compte dans le calcul de σ'_{T_P} . Néanmoins, cette phase transitoire étant brève, elle peut raisonnablement être négligée. La différence entre humidité initiale calculée et mesurée n'excède jamais 11 %, tandis que l'écart entre les masses de matière sèche déterminées sur la base de l'humidité initiale et finale est toujours inférieure à 5 %. Ces résultats soulignent la validité des résultats expérimentaux présentés.

Tableau [5.4] : Valeurs des différentes grandeurs mesurées au cours d'essais de séchage

N° MANIP	Z (t/mn)	T cons (°C)	$T_{P\text{moy}}$ (°C)	σ'_{T_P} (°C)	$T_{s,\text{air}}$ (°C)	HR _{moy} (%)	$X_{0,\text{cal}}$ % (b.s.)	$X_{0,\text{exp}}$ % (b.s.)	$X_{f,\text{exp}}$ % (b.s.)	M_s (g)
01	14	70	70,30	0,38	29,68	58,00	58,39	53,40	5,55	115,72
02	14	90	90,24	0,38	30,14	61,00	57,51	51,40	4,14	127,43
03	14	110	110,07	0,43	28,77	69,50	57,58	51,20	2,97	135,09
04	42	70	70,29	0,46	29,51	69,00	57,43	52,90	5,78	115,93
05	42	90	90,30	0,36	30,01	65,00	59,65	51,40	3,68	114,72
06	42	110	110,09	0,47	29,24	72,00	56,53	50,60	2,97	124,32
07	0	90	90,36	0,40	29,95	70,00	54,40	53,40	4,76	154,49
08	28	90	90,35	0,36	29,95	70,00	54,53	50,20	3,79	128,98
09	14	130	130,20	0,54	28,89	59,50	57,46	52,30	1,86	132,21

5.7.2.1. Analyse des cinétiques de séchage expérimentales

De manière générale, comme l'illustre la figure < 5.11 >, on observe deux phases distinctes dans l'évolution de la vitesse de séchage :

- une phase initiale de durée variable où la vitesse de séchage diminue rapidement; elle se poursuit jusqu'à une teneur en eau variant entre 0,42 et 0,48 kg/kg (b.s.) suivant le niveau de température de plaque,

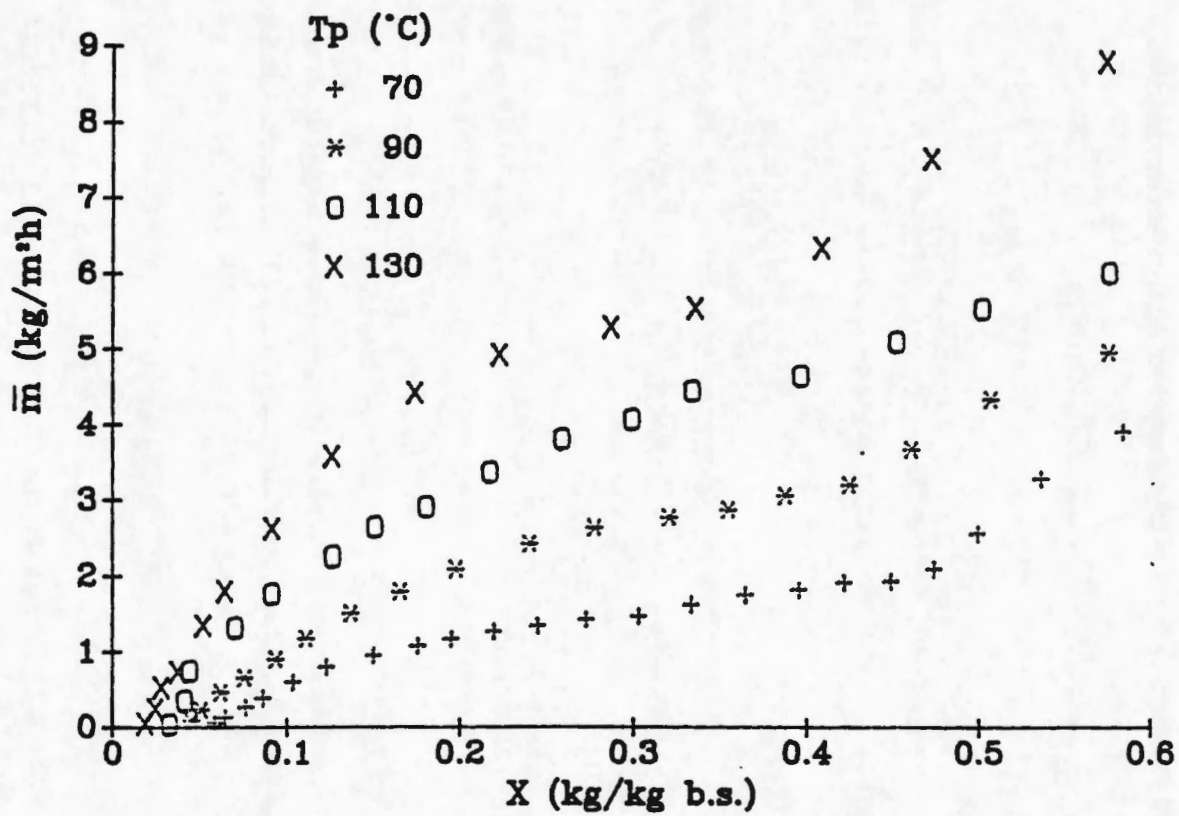


Figure < 5.11 > : Cinétiques expérimentales de séchage de billes d'alumine - Influence de la température de plaque - $Z = 14 \text{ t/mn}$

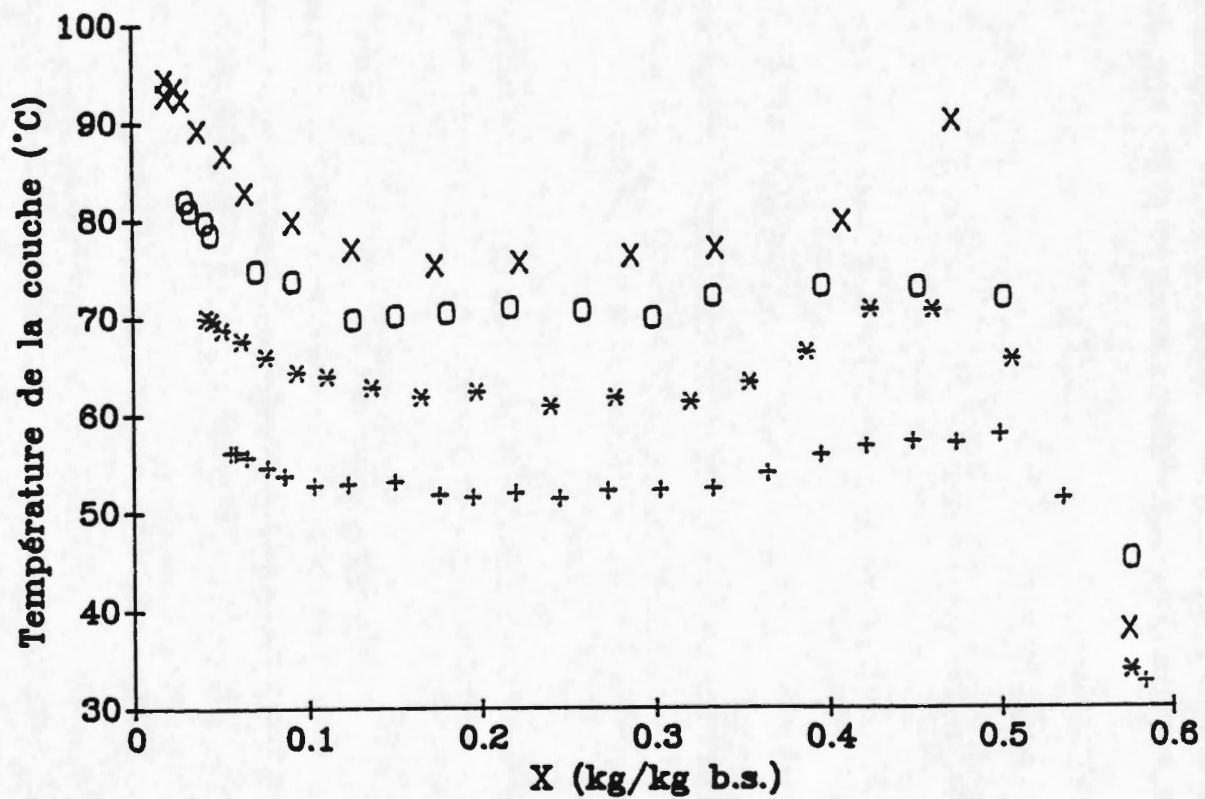


Figure < 5.12 > : Courbes d'évolution de la température de la couche en fonction de la teneur en eau correspondant aux cinétiques de séchage présentées à la fig. < 5.11 >.

- une phase où cette même vitesse de séchage décroît plus lentement et tend vers 0 lorsque l'on se rapproche de l'humidité d'équilibre hygroscopique X_{equ} , fixée par la température finale du produit et la pression partielle de vapeur d'eau de l'air environnant. On observe que la décroissance de la vitesse est d'autant plus forte que la teneur en eau est faible.

Si l'on étudie en parallèle les courbes de température de la couche (figure < 5.12 >), on remarque que celles-ci présentent également 2 domaines différents, dont les limites correspondent approximativement à celles observées pour la vitesse de séchage. En première phase, T_B augmente brusquement pour diminuer ensuite faiblement, présentant ainsi un extremum aux environs de $X = 0,40 \text{ kg/kg (b.s.)}$. Dans une dernière phase, la température de couche croît à nouveau, cette augmentation s'accroissant fortement en toute fin de séchage.

La première phase observée sur les courbes de cinétique de séchage, caractérisée par le pic de la température de couche, semble être une période transitoire au cours de la mise en équilibre thermique de la couche granulaire. Néanmoins, les courbes présentées par TSOTSAS et SCHLÜNDER (1986) ne montrent pas de pic aussi marqué, la température atteignant rapidement un palier. Dans notre cas, les particules contiennent au début du séchage une quantité d'eau superficielle encore importante, ce qui contribue à rendre le milieu collant. L'efficacité de l'agitation est détériorée, ce qui conduit à la formation de "paquets" ("clusters") isolés de particules. Ces "paquets" de particules possèdent une bonne conductivité thermique et une chaleur massique élevée du fait de leur faible porosité et de la forte teneur initiale en eau. Il en résulte que le coefficient de pénétration de la chaleur à l'intérieur du milieu est élevé. Tous ces phénomènes induisent en début de séchage une forte augmentation de la température moyenne de la couche. Par la suite, la diminution de la teneur en eau et la nette amélioration des conditions de mélange qui l'accompagne, contribuent à réduire la conductivité thermique et la chaleur massique de la couche. Ce phénomène, associé à la diminution de la différence ($T_p - T_B$), entraînent une réduction du flux entrant, et par conséquent une baisse de la température moyenne du lit qui se stabilise à l'approche de la deuxième phase. La vitesse de séchage, très forte en début d'opération du fait de l'importance du flux entrant et de la présence d'une grande quantité d'eau libre, diminue rapidement avec la diminution du coefficient de transfert de chaleur (pénétration) dans le milieu et donc du flux disponible pour l'évaporation. La disparition de l'eau superficielle, aisément évaporable, contribue également à cette baisse de la vitesse du séchage.

La deuxième phase observée n'apparaît que lorsque pratiquement toute l'eau superficielle à la surface externe des particules a disparu. La décroissance tout d'abord lente de la vitesse de séchage, puis quasi-linéaire pour $X < 0,15 \text{ kg/kg (b.s.)}$ a été mise en évidence par TSOTSAS (1985) dans le cas du séchage sous vide de produits hygroscopiques. Cette diminution de \bar{m} est due en premier lieu à la baisse du coefficient de transfert de chaleur h_b évoquée précédemment et, d'autre part, au caractère hygroscopique du produit traité. Le comportement hygroscopique du produit se manifeste par une réduction de la pression de vapeur saturante dans la couche et donc par une réduction de la différence de pression

partielle de vapeur entre le produit et l'atmosphère ambiante. En outre, une quantité supplémentaire du flux entrant est consommée pour désorber l'eau liée hygroscopiquement. Dans un premier temps, la baisse de l' a_w est faible et l'eau reste aisément disponible, par conséquent la vitesse de séchage n'est que faiblement limitée. En revanche, en fin de séchage ($X < 0,15$ kg/kg (b.s.)) a_w décroît fortement et inversement la chaleur de désorption devient très élevée, d'où la baisse drastique de \bar{m} . On observe donc que la forme de l'isotherme de désorption sera d'une importance capitale dans la description de la fin du séchage des produits hygroscopiques. Les courbes de température de couche mesurées expérimentalement sont conformes à celles publiées par TSOTSAS (1985), qui observe une augmentation régulière de T_B au cours du séchage. Ce phénomène est lié à la diminution de la vitesse de séchage qui entraîne une baisse du flux de chaleur latente et une augmentation simultanée du flux de chaleur sensible. Par conséquent, les températures élevées de la couche en fin de séchage résultent de la réduction importante de la vitesse de séchage. Comme l'ont signalé MOLLEKOPF (1983), puis TSOTSAS et SCHLÜNDER (1986), ceci apparaît également dans le cas de produits contenant exclusivement de l'eau libre. En revanche, pour ce type de matériau la température reste quasiment constante dans tout le reste du domaine d'humidité, puisque la diminution de la vitesse \bar{m} ne s'effectue qu'en toute fin d'opération.

5.7.2.2. Influence de la température

Ainsi que l'explicitent les figures < 5.11 > et < 5.13 >, la température de plaque affecte fortement la vitesse de séchage dans tout le domaine de teneur en eau. Ainsi, pour $0,1 < X < 0,5$ kg/kg (b.s.), la vitesse de séchage augmente d'environ $1 \text{ kg/m}^2\text{h}$ lorsqu'on accroît T_p de 20°C . Pour $X < 0,1$ kg/kg (b.s.), l'influence reste très marquée bien qu'elle soit limitée certainement en partie par le comportement hygroscopique du produit. Deux raisons principales peuvent expliquer cette influence notable de la température de plaque :

- une amélioration du flux entrant dans la couche avec l'augmentation des coefficients d'échange thermique h_{pc} et surtout h_b avec la température, ainsi que l'augmentation de la force motrice $T_p - T_B$ comme l'indiquent clairement les figures < 5.12 > et < 5.14 >.
- une augmentation de la pression partielle de vapeur d'eau dans la couche avec la température, et donc de la différence de pression partielle entre la couche et l'air ambiant, ce qui contribue à accroître le flux massique de diffusion de la vapeur d'eau hors de la couche.

Il faut signaler enfin, que la forte influence observée est en accord avec tous les autres travaux menés sur le sujet (MOLLEKOPF, 1983 ; TSOTSAS, 1985 ; TSOTSAS et SCHLÜNDER, 1986).

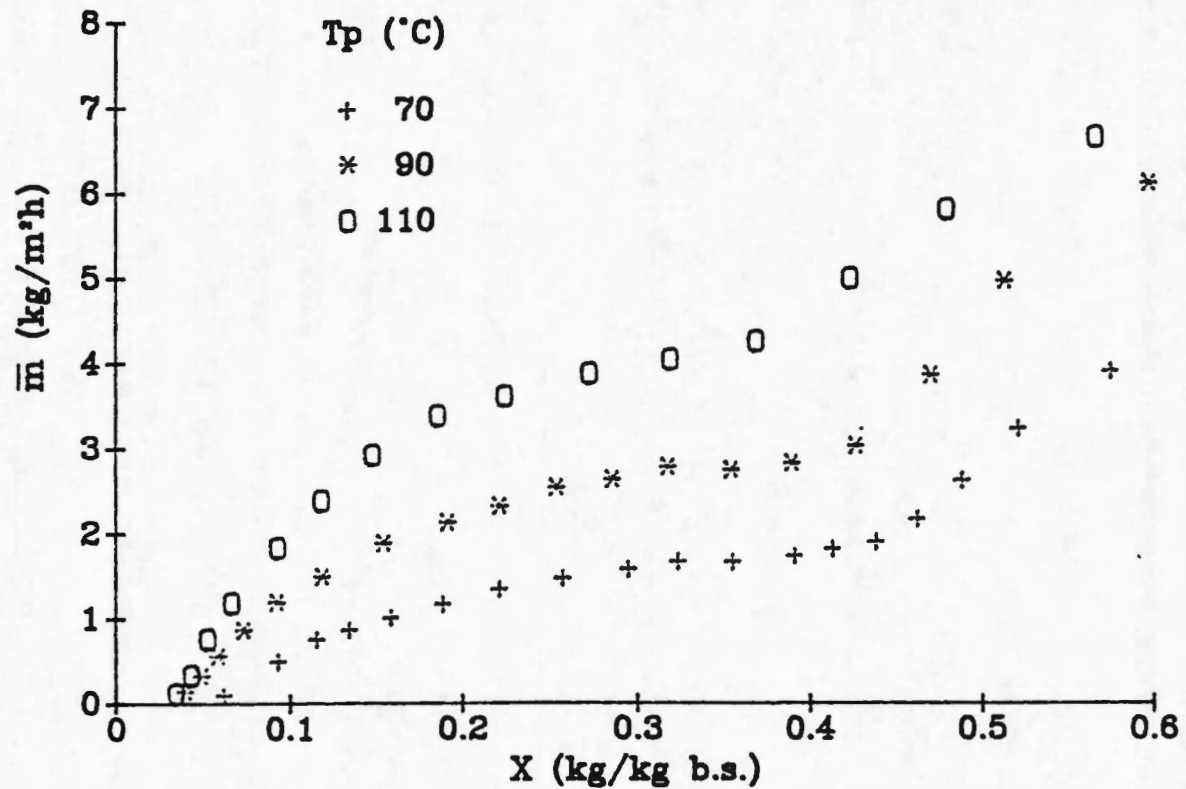


Figure < 5.13 > : Cinétiques expérimentales de séchage de billes d'alumine
Influence de la température de plaque - $Z = 42 \text{ t/mn.}$

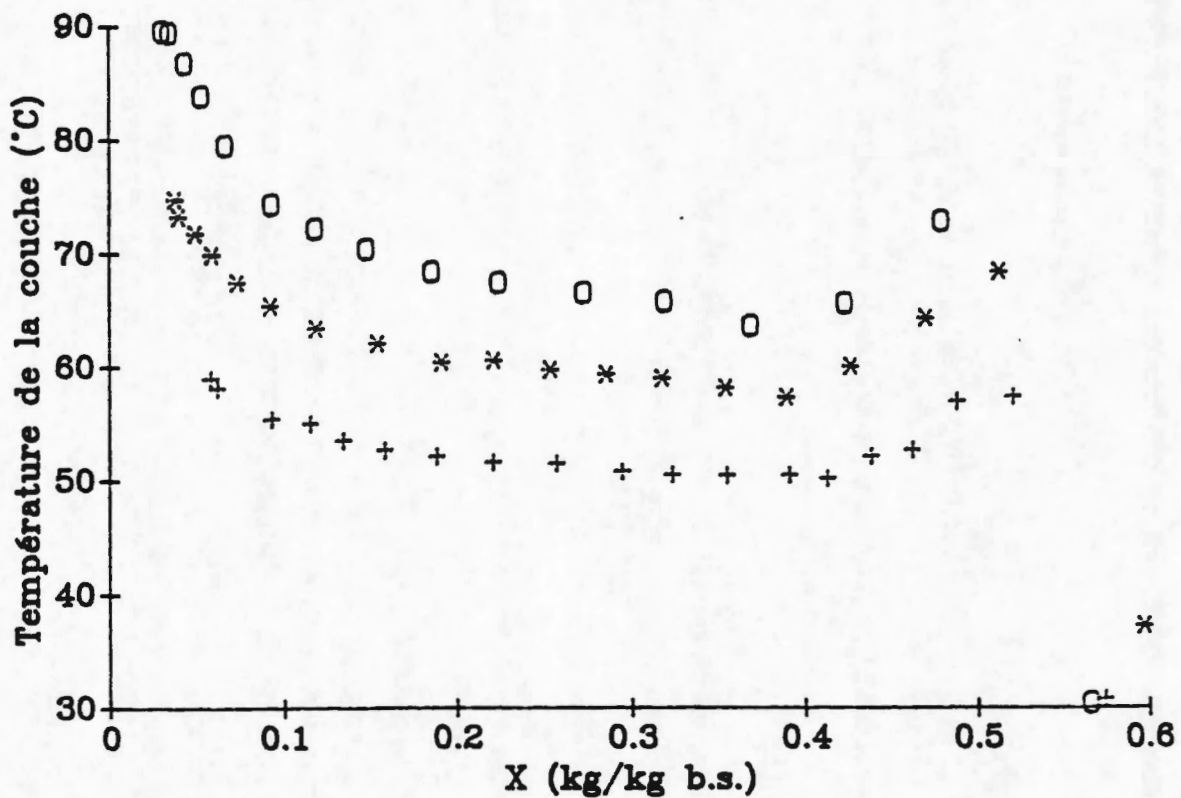


Figure < 5.14 > : Courbes d'évolution de la température de la couche en fonction de la teneur en eau correspondant aux cinétiques de séchage présentées à la fig.< 5.13 >.

5.7.2.3. Influence de la vitesse de rotation

L'influence de la vitesse de rotation de l'agitateur peut être observée à l'aide des figures < 5.15 > et < 5.16 >, donnant les courbes cinétiques de séchage et les courbes d'évolution de T_B à différentes vitesses de rotation, pour une température de plaque $T_P = 90^\circ\text{C}$.

En ce qui concerne les vitesses de séchage, elles évoluent très différemment selon que la vitesse d'agitation est nulle ou non.

Pour $Z = 0$, \bar{m} décroît très rapidement tout au long du séchage, avec une pente pratiquement constante pour $X < 0,40 \text{ kg/kg (b.s.)}$. En revanche, pour Z non nul, après une courte période de forte décroissance ($0,40 < X < 0,57 \text{ kg/kg (b.s.)}$), la vitesse diminue de la même manière que précédemment. En outre, on observe que les courbes cinétiques sont pratiquement confondues lorsque $14 < Z < 42 \text{ t/mn}$ et que les vitesses de séchage obtenues en l'absence d'agitation sont nettement inférieures à celles mesurées pour $Z \neq 0$ dans le domaine de teneur en $X_{\text{equ}} < X < 0,40 \text{ kg/kg (b.s.)}$.

Les courbes d'évolution de la température de couche ont également des allures différentes selon que l'on agite la couche granulaire ou pas.

Pour $Z = 0$, si l'on néglige les variations spatiales de température dans la couche, T_B décroît pratiquement dans tout le domaine de teneur en eau, et présente une légère remontée pour les très faibles humidités. En revanche, la présence d'une agitation rend la température croissante tout le long du séchage, comme cela a été montré précédemment.

Comme pour les courbes cinétiques de séchage, les courbes d'évolution de T_B sont très proches pour $X < 0,40 \text{ kg/kg (b.s.)}$, malgré une certaine imprécision liée à la mesure expérimentale.

Un écart plus significatif apparaît en revanche dans un domaine de teneur en eau allant de $0,40$ à $0,50 \text{ kg/kg (b.s.)}$, dans lequel la décroissance de la température moyenne de la couche T_B est d'autant plus rapide que Z est élevé.

Ces observations peuvent être interprétées aisément dans le cadre du modèle de pénétration de la chaleur. En effet, pour des particules de taille assez élevée, comme les billes d'alumine utilisées, on peut estimer que la résistance limitant le transfert de chaleur de la plaque vers le milieu est la résistance de contact (MOLLEKOPF, 1983 ; TSOTSAS et SCHLÜNDER, 1988). Ainsi, lorsque le milieu est agité, l'augmentation de la vitesse de rotation, agissant dans le sens d'une réduction du temps de contact t_c , favorise exclusivement l'amélioration de h_b , et n'aura aucun effet sur la résistance de contact h_{pc} . Il s'ensuit qu'un accroissement notable de la vitesse de séchage ne saurait être observé. Au contraire, lorsque Z est nul, la résistance prépondérante devient très rapidement la résistance à la pénétration de la chaleur dans la couche h_b . En effet, dès les premières minutes du séchage se forme au contact de la plaque une couche de particules sèches, qui possède à la fois une faible conductivité thermique et une faible chaleur massique.

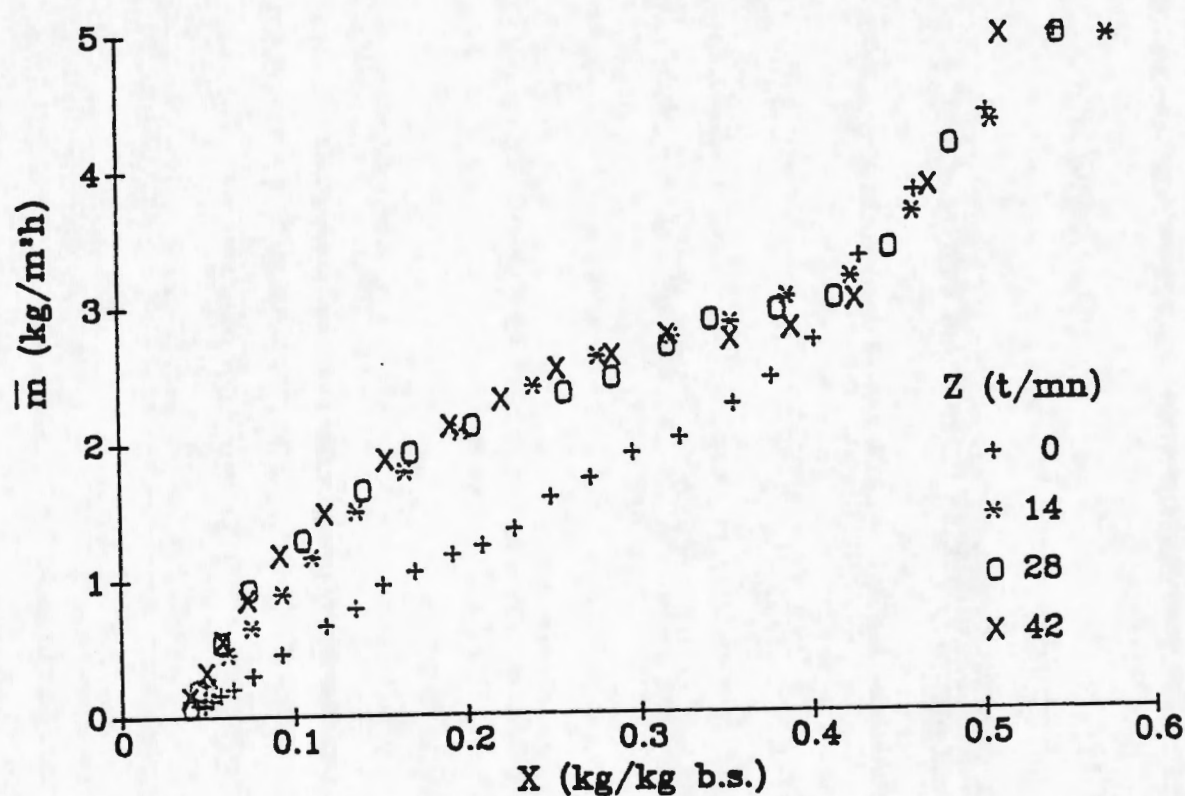


Figure < 5.15 > : Cinétiques expérimentales de séchage de billes d'alumine
Influence de la vitesse de rotation de l'agitateur - $T_p = 90^\circ\text{C}$

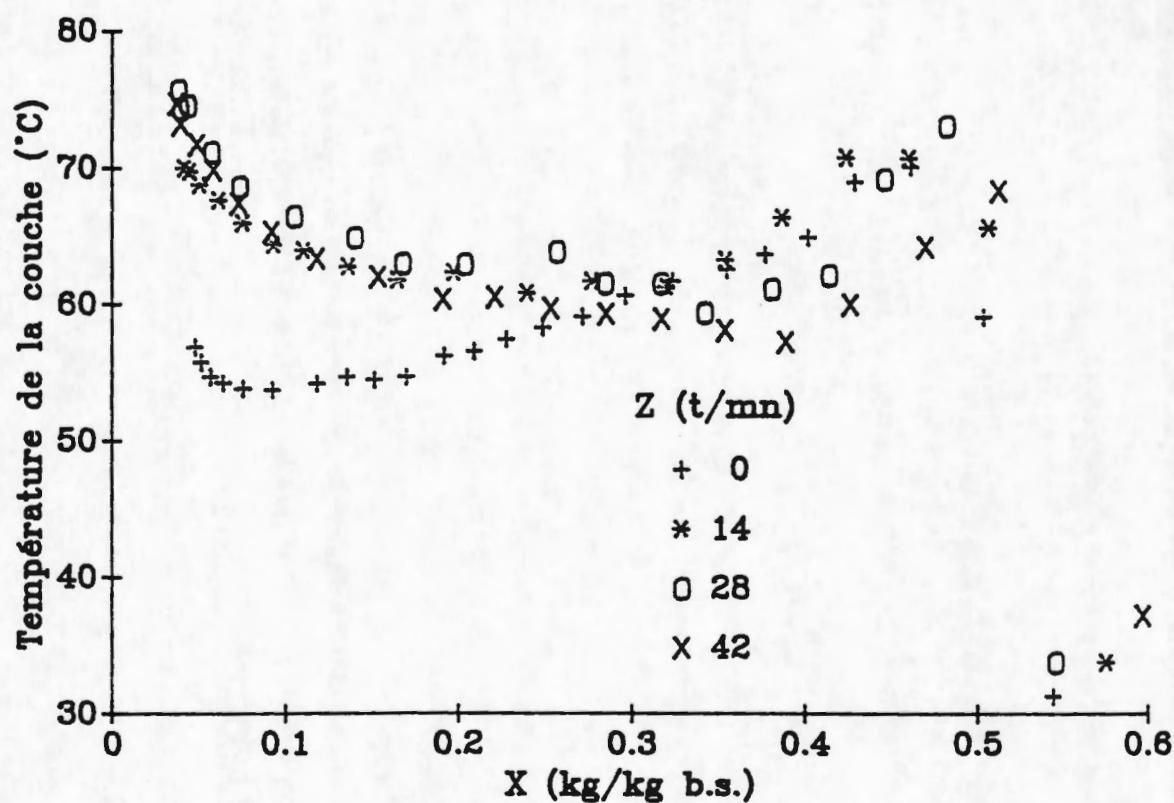


Figure < 5.16 > : Courbes d'évolution de la température de la couche en fonction de la teneur en eau correspondant aux cinétiques de séchage présentées à la fig. < 5.15 >.

Ceci conduit globalement à réduire le transfert de chaleur dans la partie humide de la couche. En schématisant, le séchage s'effectue alors grâce au déplacement d'un front d'évaporation à l'intérieur de la couche, la résistance à la pénétration de la chaleur à travers la couche de particules sèches augmentant au cours du temps.

Les courbes de températures sont bien évidemment liées au transfert de chaleur dans le milieu. Ainsi, dans le cas où Z est non nul, la limitation du transfert de chaleur par la résistance de contact conduit à des températures de couche similaires quelle que soit la vitesse de rotation. Tandis que pour $Z = 0$, T_B décroît au fur et à mesure que la résistance à la pénétration de la chaleur augmente. L'accroissement de T_B en toute fin de séchage observée dans tous les cas est simplement dûe à la diminution de la vitesse de séchage et donc du flux de chaleur latente.

L'influence significative de Z en début de séchage, peut être expliquée par le fait que les "paquets" de particules formés en raison de la présence d'eau superficielle sont d'autant plus rapidement détruits que Z est élevée, le milieu retrouvant ainsi plus vite une structure purement granulaire et s'écoulant plus facilement.

5.8. MODELISATION ET COMPARAISON AVEC LES RESULTATS EXPERIMENTAUX

La modélisation a été effectuée sur la base des équations présentées au paragraphe / 5.6./.

Deux problèmes particuliers ont rendu ce travail de modélisation plus difficile :

- l'impossibilité de déterminer expérimentalement la rugosité de la particule d'alumine qui intervient dans le calcul de h_{pc} ,
- l'absence de données complètes sur les isothermes de désorption des billes d'alumine en fonction de la température.

La rugosité a donc été estimée et utilisée comme paramètre supplémentaire d'ajustement.

La modélisation a en outre été effectuée en utilisant le seul isotherme déterminé expérimentalement à $T = 60^\circ\text{C}$ et en négligeant l'enthalpie de désorption. Malgré ces simplifications, les courbes cinétiques calculées à l'aide du modèle concordent de manière satisfaisant avec les résultats expérimentaux, comme le prouvent les figures < 5.17 > et < 5.19 >.

La précision du modèle est moins bonne pour les courbes de température de la couche (figures < 5.18 > et < 5.20 >) mais reste dans un domaine acceptable (erreur maximale inférieure à 10 %). Néanmoins, il faut souligner que la phase initiale de séchage, caractérisée par le pic de température et de fortes vitesses de séchage, ne peut être prédite correctement par le modèle, puisque ce dernier ne s'applique qu'aux produits s'écoulant librement, ce qui n'est évidemment pas vérifié en début de séchage puisque les particules sont collantes.

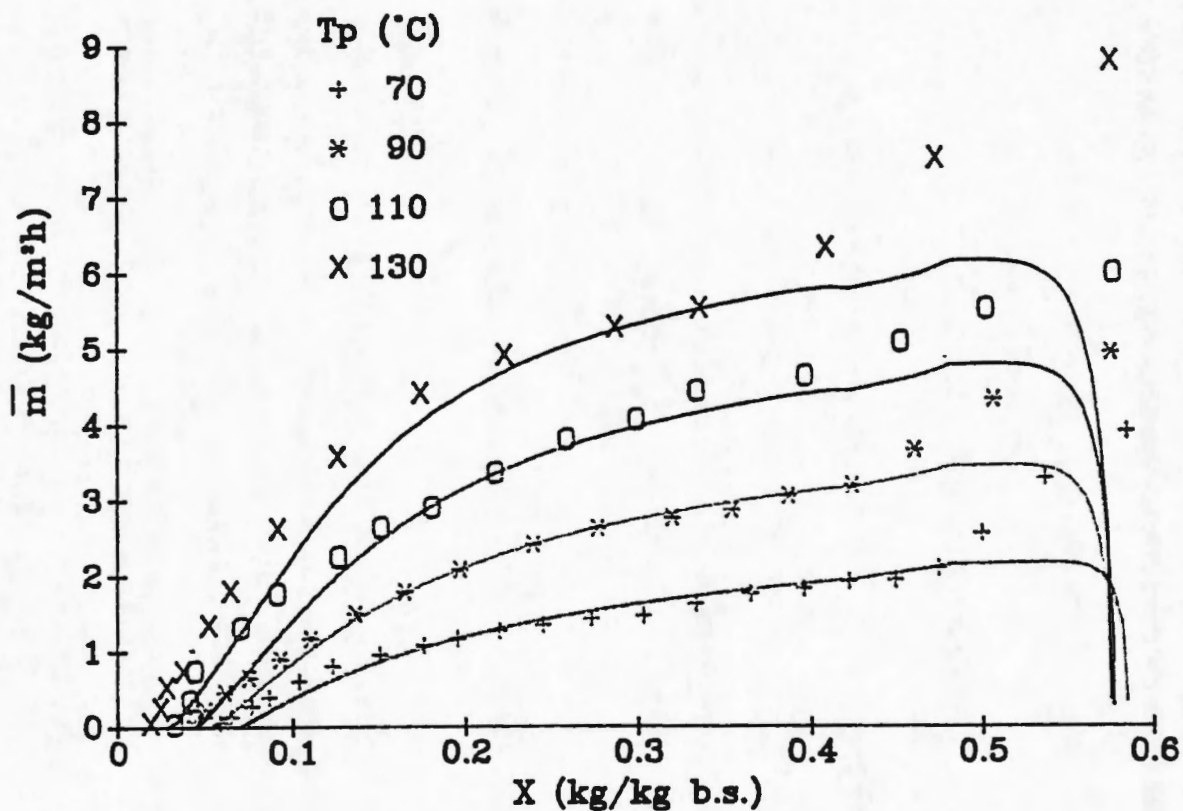


Figure < 5.17 > : Comparaison entre cinétiques de séchage expérimentales et calculées.
Influence de la température de plaque - $Z = 14 \text{ t/mn}$

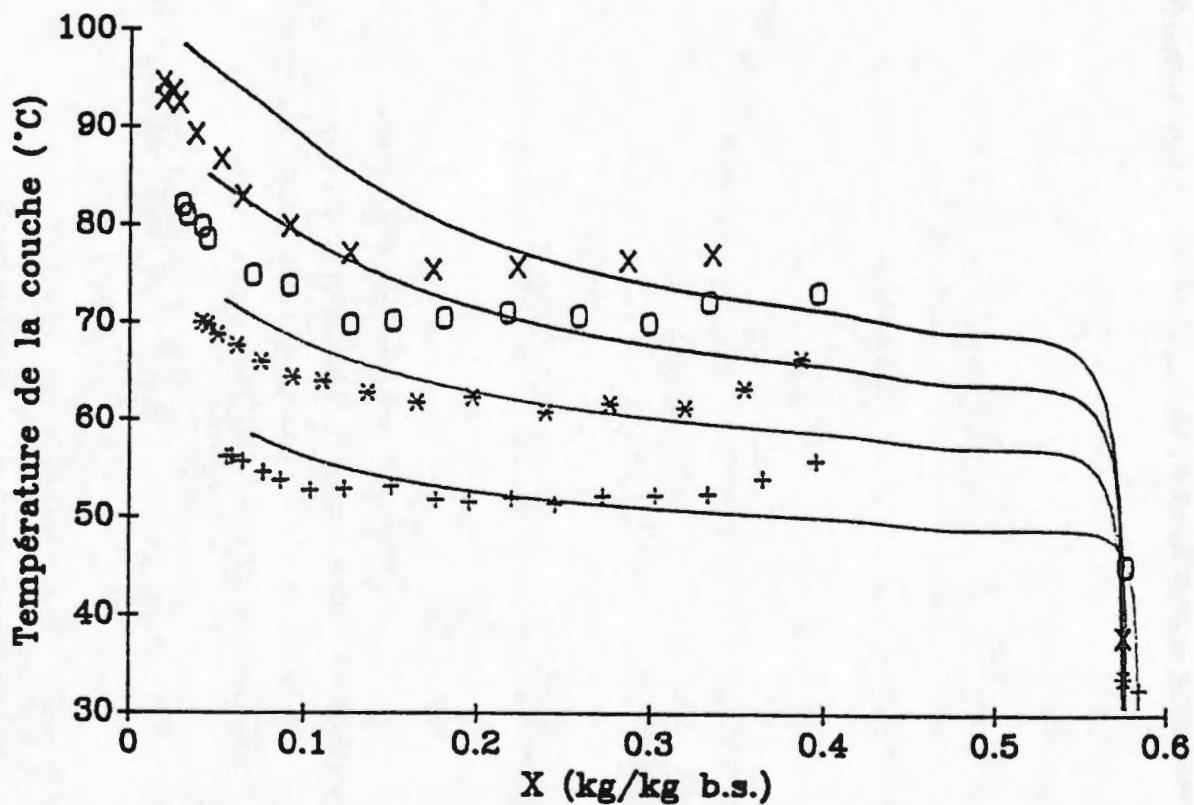


Figure < 5.18 > : Comparaison entre températures de couche expérimentales et calculées
correspondant aux cinétiques de séchage présentées à la fig. < 5.17 >.

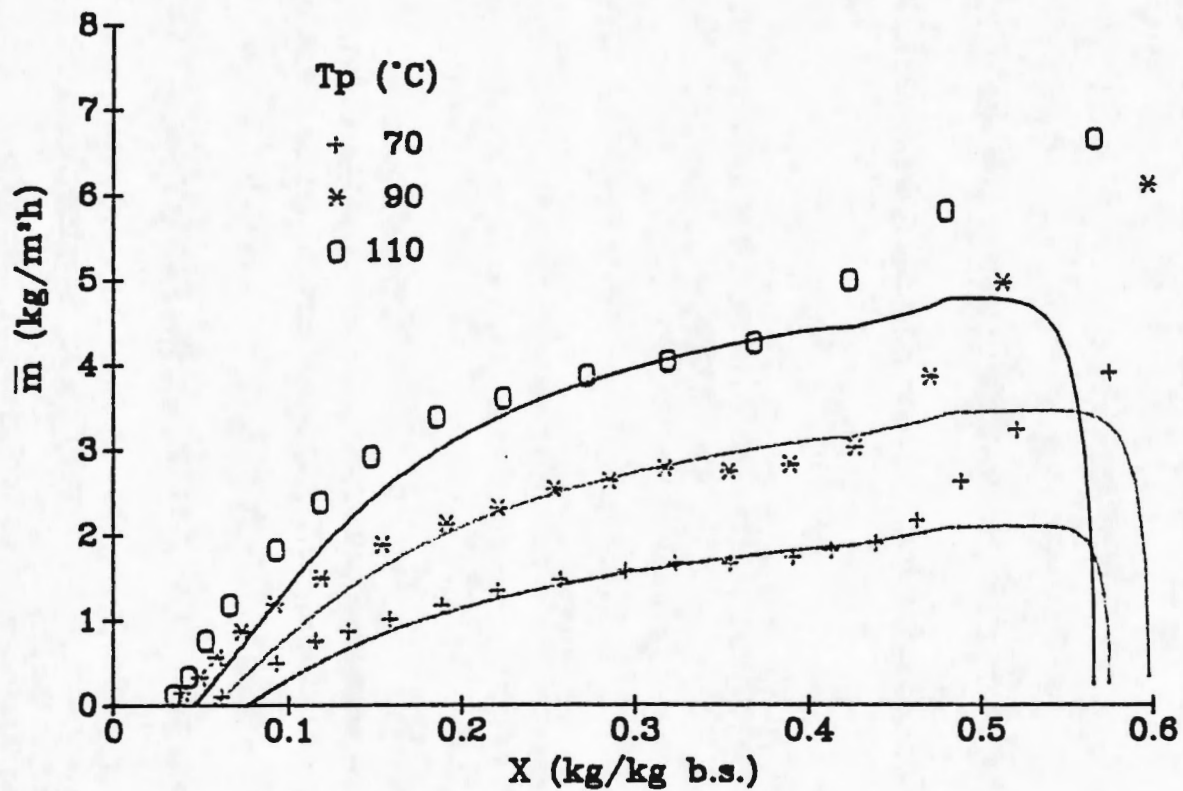


Figure < 5.19 > : Comparaison entre cinétiques de séchage expérimentales et calculées.
Influence de la température de plaque - $Z = 42 \text{ t/mn}$

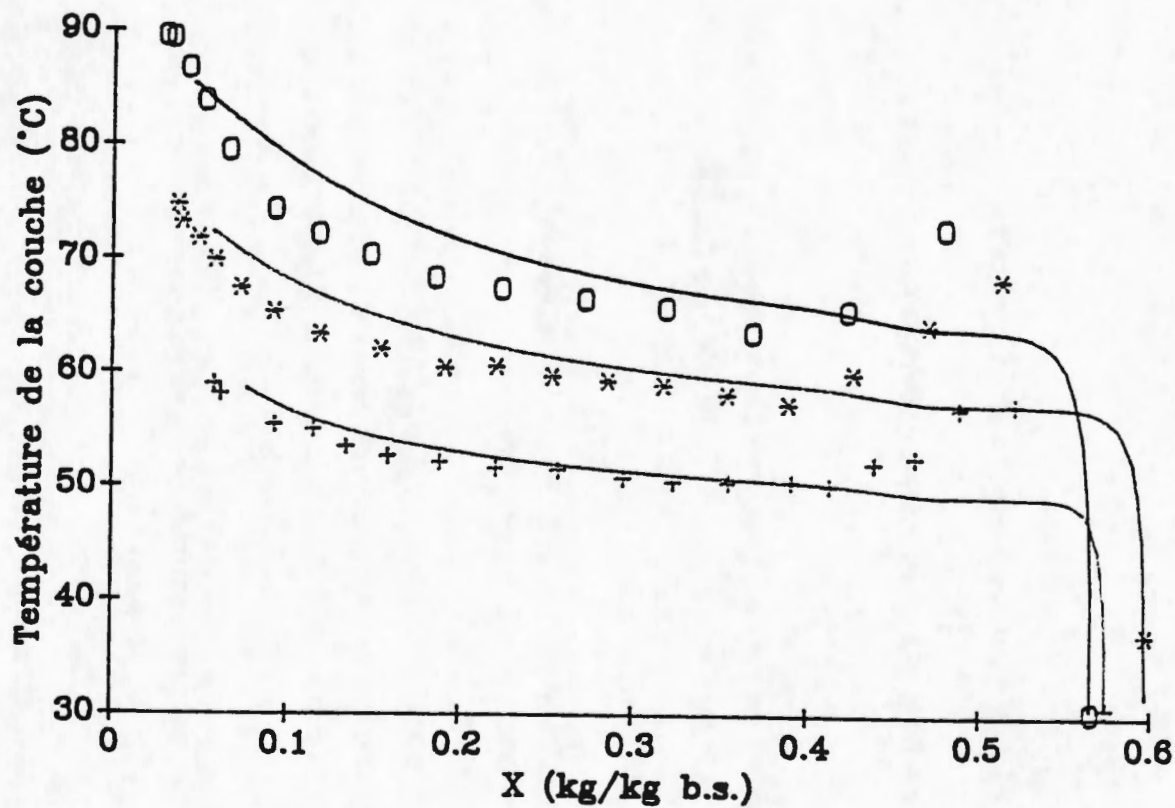


Figure < 5.20 > : Comparaison entre températures de couche expérimentales et calculées
correspondant aux cinétiques de séchage présentées à la fig.< 5.19 >.

Les écarts les plus notables entre cinétiques de séchage expérimentales et théoriques se situent dans le domaine des très faibles humidités et pour des températures de plaque supérieures à 90°C.

Ils peuvent s'expliquer par l'utilisation du seul isotherme de désorption à 60°C. En effet, à ce niveau de température de plaque, la température de la couche devient nettement supérieure à 60°C. L'utilisation de l'isotherme à 60°C conduit, pour X donné, à sous-estimer l'activité de l'eau et donc la vitesse de séchage.

Les courbes théoriques présentées ont été obtenues en utilisant une valeur de 50 μm pour la rugosité de la particule et la valeur $k' = 2,5$ intervenant dans le calcul du coefficient d'échange convectif à la surface de la couche h_{co} .

Cette dernière valeur est légèrement supérieure à celle proposée par TSOTSAS et SCHLÜNDER qui est de 1,75. Les valeurs du paramètre d'ajustement N_{mix} présentées dans le tableau [5.5] en fonction de la vitesse de rotation Z, sont en bon accord avec celles trouvées par TSOTSAS et SCHLÜNDER (1986) en atmosphère normale, mais sont inférieures à celles calculées à l'aide de la relation (5-13).

Tableau [5.5] - Valeurs du paramètre d'ajustement N_{mix} en fonction de la vitesse de rotation

Z	N_{mix}	N_{mix} théorique (MOLLEKOPF, 1983)
14	5	10,5
28	10	13,9
42	15	16,3

La conductivité thermique de la couche a été estimée à l'aide du modèle de ZEHNER et BAUER modifié comme indiqué au paragraphe /4.3.2/. Les valeurs de w_{mic} et w_{mac} sont celles recommandées par TSOTSAS et SCHLÜNDER (1986) et s'établissent respectivement à 0,075 et 0,2. Les valeurs des autres paramètres ont été tirées des travaux de TSOTSAS et MARTIN (1988) (cf annexe 1).

Le calcul de h_{pc} a été effectué en prenant une valeur de 0,8 pour le taux de recouvrement de la plaque et de 0,8 pour le coefficient d'accommodation v (SCHLÜNDER, 1981).

5.9. CONCLUSIONS

La réalisation d'un pilote expérimental de séchage par contact en atmosphère normale nous a permis d'établir les cinétiques de séchage de billes d'alumine à différentes températures de plaque et vitesses d'agitation de la couche granulaire. L'allure des courbes cinétiques de séchage ainsi que des courbes d'évolution de la température de la couche, de même que l'influence des principaux paramètres (température de plaque et vitesse de rotation de l'agitateur) trouvent une interprétation cohérente dans le cadre du modèle de pénétration de la chaleur et des différents coefficients de transfert qu'il met en jeu. Les résultats expérimentaux obtenus sont en bon accord avec les travaux de la littérature. Malgré le manque de données précises (rugosité des particules et courbes de désorption de l'alumine), le modèle mathématique de séchage par contact prédit les courbes cinétique de séchage et d'évolution de la température de couche en bon accord avec les résultats expérimentaux. Il semble enfin que l'allure des courbes de désorption d'un produit hygroscopique affecte de manière significative les résultats fournis par le modèle.

CHAPITRE 6

ETUDE DE L'OPERATION DE CUISSON- SECHAGE DE LA PULPE DE MANIOC

6. ETUDE DE L'OPERATION DE CUISSON-SECHAGE DE LA PULPE DE MANIOC

6.1. ETUDE EXPERIMENTALE

6.1.1. Matériels et méthodes

Les essais de cuisson-séchage de la pulpe de manioc ont été réalisés au moyen du pilote expérimental décrit au paragraphe /5.7.1.2./.

Nous avons effectué une série de 22 expériences visant à analyser à la fois le phénomène de séchage et la réaction de gélatinisation.

Au cours des 7 premiers essais, nous avons tenté d'étudier simultanément les cinétiques respectives des 2 phénomènes, mais les résultats obtenus sur le plan des courbes de gélatinisation se sont révélés peu précis car les prélèvements de pulpe en cours d'opération conduisaient à des résultats peu reproductibles.

Par la suite, nous nous sommes limités à mesurer le taux de gélatinisation final du produit en étudiant séparément 3 fractions granulométriques.

La pulpe de manioc a été préparée comme indiqué au paragraphe /4.1.1./, puis conditionnée à différentes teneurs initiales en eau variant entre 0,8 et 1,1 kg/kg (b.s.) par séchage à l'air libre à température ambiante. Elle a ensuite été ensachée sous vide et stockée à + 4°C au réfrigérateur jusqu'à utilisation. Toutes les expériences ont été conduites en utilisant environ 75 g de produit humide, ce qui correspond à une masse de matière sèche de 35 à 40 g suivant la teneur en eau. Le domaine de température de plaque exploré s'étend de 90 à 130°C, les vitesses de rotation de l'agitateur étaient de 14 et 30

6.1.1.1. Détermination des cinétiques de séchage

Les courbes de séchage $X(t)$ ainsi que les courbes dérivées (courbes cinétique de séchage) présentées ici ont été obtenues de la manière exposée au paragraphe /5.7.1.3./. Le calcul des humidités a cette fois été effectué à partir de l'humidité initiale, méthode qui s'est révélée la plus fiable en raison du mode de conservation de la pulpe. Les poids secs ont été mesurés par étuvage à 130°C pendant 1 h 30 mn avec environ 5 g de produit, conformément à la norme AFNOR NF V 03-602.

6.1.1.2. Détermination des cinétiques de gélatinisation

A différents instants au cours de l'opération de cuisson-séchage des échantillons de pulpe d'environ 1 g ont été prélevés. Chaque échantillon a ensuite été finement broyé au mortier. Son humidité a été calculée à partir des courbes de séchage mesurées en parallèle.

Les taux de gélatinisation d'amidon ont été déterminés selon un protocole dérivé des méthodes de CHIANG et JOHNSON (1977) et KAINUMA et al. (1981). Il est basé sur la mesure du degré de digestibilité de l'amidon par attaque enzymatique. L'amidon gélatinisé est quantitativement hydrolysé par l'amyloglucosidase (préparation commerciale Merck n° 1332 à 100 UI/mg d'*Aspergillus niger*). La quantité de glucose libéré est déterminée par colorimétrie à 560 nm.

Le taux d'amidon gélatinisé f_g en pourcentage est calculé à l'aide de la relation suivante :

$$f_g = 100 \frac{E - N}{G - N} \quad (6-1)$$

où E, N, G sont les pourcentages d'amidon hydrolysé respectivement dans l'échantillon étudié, dans un témoin natif et un témoin complètement gélatinisé après hydrolyse alcaline (MAHER, 1983).

Le facteur de conversion glucose/amidon adopté est de 0,9. La teneur en amidon de la pulpe de manioc retenue est de 0,945 g d'amidon /g de matière sèche.

Chaque échantillon a fait l'objet de deux déterminations de f_g sur environ 40 mg de matière sèche.

Il faut signaler que ces taux n'auront qu'une valeur relative puisque la méthode de référence généralement acceptée pour la mesure du taux de gélatinisation est l'Analyse.Enthalpique.Différentielle (A.E.D.). Ils permettent néanmoins de comparer entre elles les différentes expériences menées, et d'étudier ainsi l'influence des paramètres essentiels : granulométrie, température de plaque et vitesse de rotation de l'agitateur.

6.1.1.3. Détermination du taux de gélatinisation final

Le produit final a été tamisé et divisé en trois classes granulométriques, respectivement 0-400 μm , 400-1000 μm et 1000-1500 μm . Le taux de gélatinisation a été mesuré grâce à la méthode enzymatique décrite précédemment pour deux échantillons prélevés dans chaque fraction granulométrique. Le taux de gélatinisation final est obtenu par moyenne pondérée des 3 taux ainsi déterminés.

6.1.2. Etude du séchage

Les principaux résultats obtenus au cours de la première série d'essais sont présentés dans le tableau [6.1]. On observe que la température de plaque a peu fluctué pour chaque manipulation, le coefficient de variation maximum étant de 1,8 %.

Tableau [6.1] : Valeurs des principales grandeurs mesurées lors des essais de séchage de la pulpe de manioc

N° MANIP	Z (t/mn)	T _P (°C)	σ'T _P (°C)	T _A (°C)	HR (%)	M _s (g)	X ₀ kg/kg (b.s.)	X _f kg/kg (b.s.)	t _f (s)
01	14	90,21	0,43	19,80	50,00	37,00	0,934	0,020	2405
02	14	114,77	0,93	19,50	50,00	38,65	0,933	0,017	1810
03	14	105,21	0,41	22,80	50,00	36,03	0,928	0,019	2055
04	14	114,96	0,69	22,20	50,00	46,92	0,796	0,011	2045
05	14	114,99	0,54	22,40	50,00	39,82	0,894	0,013	2060
06	14	114,68	1,13	21,60	50,00	37,15	1,022	0,015	1945
07	14	90,22	0,48	20,40	50,00	37,40	1,016	0,022	2410
08	14	105,13	0,42	20,80	50,00	37,32	1,019	0,018	2410
09	14	105,04	0,76	21,40	50,00	39,96	0,900	0,019	2105
10	14	129,70	1,24	21,60	50,00	40,36	0,886	0,011	1810
11	14	129,89	0,65	21,80	50,00	36,83	1,032	0,015	1810
12	14	114,48	1,47	19,80	50,00	35,68	1,112	0,024	1810
13	14	105,03	0,83	21,30	50,00	35,74	1,099	0,030	1815
14	30	104,35	1,98	19,30	50,00	36,91	1,029	0,020	1815
15	30	114,53	1,64	19,30	50,00	36,95	1,032	0,019	1515
16	30	95,05	0,48	21,10	50,00	36,59	1,028	0,025	1810
17	30	114,36	2,03	20,70	50,00	39,61	0,907	0,014	1515
18	30	105,12	0,49	21,70	50,00	40,13	0,891	0,018	1510
19	30	95,04	0,48	21,50	50,00	40,16	0,870	0,019	1520
20	30	70,07	0,62	25,30	50,00	36,96	1,016	0,039	2440
21	30	114,35	1,56	20,33	58,00	40,60	0,852	0,010	2125
22	30	104,85	1,23	24,46	45,00	40,60	1,008	0,015	1830

Comme le montre clairement la figure < 6.1 > la reproductibilité des courbes de séchage est affectée par la teneur initiale en eau du produit. Pour $X_0 \leq 0,93$ kg/kg (b.s.), la différence entre les courbes de séchage est peu significative, tandis qu'elle devient notable pour des teneurs initiales en eau plus élevées. Comme nous allons le montrer ci-après, ce phénomène semble lié au comportement rhéologique particulier du produit au cours de l'opération.

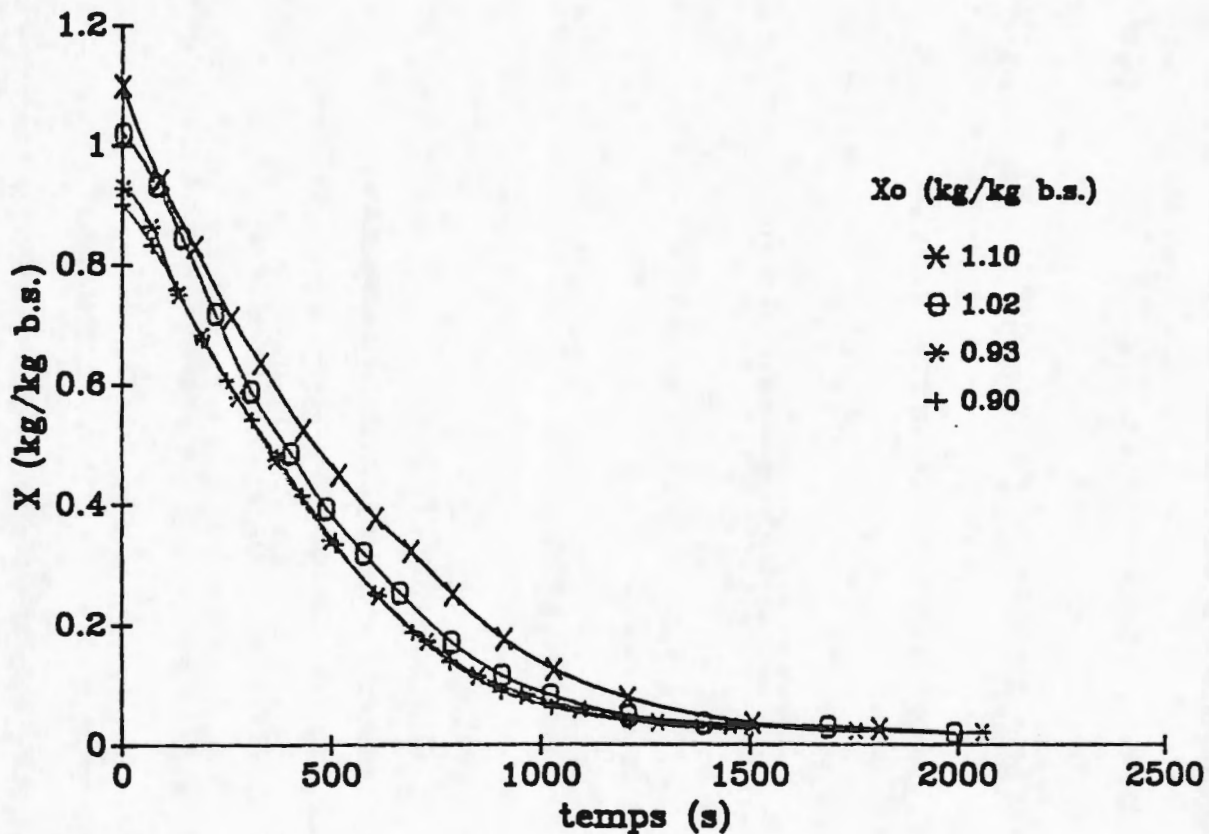


Figure < 6.1 > : Reproductibilité des courbes de séchage - $T_p = 105^\circ\text{C}$ - $Z = 14\text{ t/mn}$

6.1.2.1. Comportement du produit au cours du mélange

Au cours de l'opération de cuisson-séchage, la pulpe de manioc subit un changement très important de structure rhéologique puisqu'elle passe de l'état de pulpe pâteuse et collante à celui de produit granulaire divisé s'écoulant librement ("free-flowing"). Cette transformation s'opère progressivement au fur et à mesure de la diminution de la teneur en eau du produit, mais l'on peut considérer qu'à partir de $0,6\text{ kg/kg (b.s.)}$, on a affaire à un produit strictement granulaire composé de particules indépendantes n'adhérant pas entre elles. Par ailleurs, les expériences réalisées ont montré que ce changement de structure était caractérisé par une baisse de la température moyenne de la couche, celle-ci diminuant ensuite lentement jusqu'à une teneur en eau de $0,2\text{ kg/kg (b.s.)}$ environ.

En raison du caractère collant et pâteux de la pulpe, l'agitation en début d'opération est peu efficace ; en effet, lorsque la réaction de gélification est importante ($X_0 > 1\text{ kg/kg (b.s.)}$ et $T_p > 95^\circ\text{C}$), le produit forme une croûte qui adhère à la plaque et qui se brise par morceaux au cours du séchage. Pour des teneurs initiales en eau plus faibles - $0,9 < X_0 < 1\text{ kg/kg (b.s.)}$ -, le comportement du produit s'apparente plutôt à celui d'un amas de grains collants. Le produit s'agglomère et se déplace en glissant - slipping - au contact de la plaque. Afin d'assurer un bon raclage de la plaque et surtout d'éviter la formation de grumeaux de taille importante, une pale perforée dont le schéma est donné à

la figure < 6.2 > a été utilisée. Néanmoins, MALHOTRA et al., (1988) ont montré que dans le cas de produits collants, un mélange parfait ne peut être obtenu, même au bout d'un nombre élevé de révolutions de l'agitateur ("poor mixing").

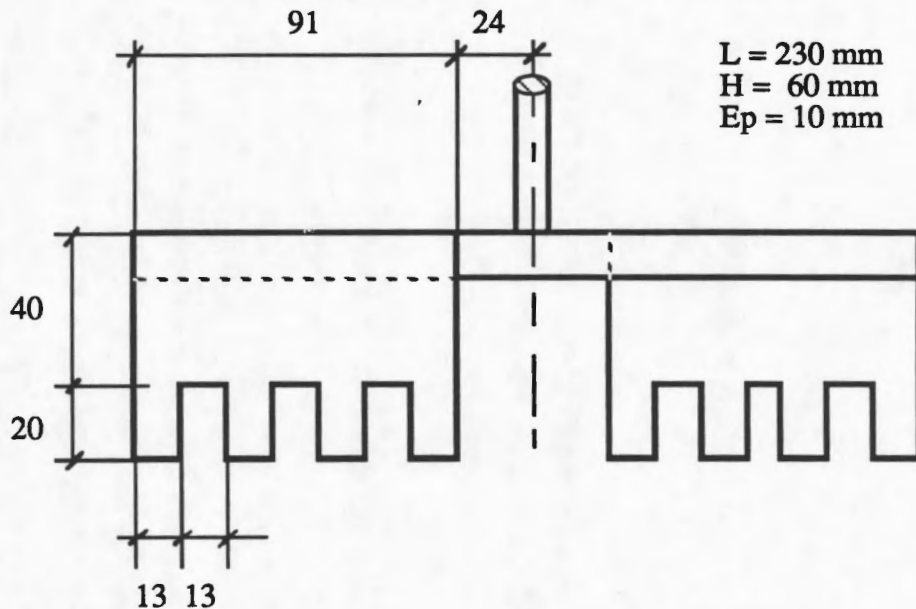


Figure < 6.2 > : Schéma de la pale en téflon utilisée au cours des essais.

Dans le domaine d'humidité où le produit est granulaire et s'écoule librement ($X < 0,6 \text{ kg/kg (b.s.)}$), l'efficacité du mélange est également limitée par la formation d'une couche stationnaire de particules au voisinage de la plaque. Ceci est lié au maintien d'un espace entre pale et plaque, maintien inévitable pour le type d'agitateur utilisé si l'on veut éviter l'écrasement du produit et sa réduction en poudre (MOLLEKOPF, 1983). La présence de cette mince couche de produit qui devient très rapidement sec conduit également à limiter le transfert de chaleur dans le milieu comme l'ont vérifié TOEI et al. (1984). L'utilisation de pales ayant de larges perforations, qui permettent de mieux briser les grumeaux formés en début de cuisson, présente également l'inconvénient de laisser une partie du produit au repos augmentant ainsi le temps de contact de ce dernier avec la plaque. MUJUMDAR (1987) indique au contraire que l'agitation du produit peut être nettement améliorée par l'emploi de pales possédant des perforations de taille plusieurs fois supérieure au diamètre des particules. Dans notre cas, le rapport largeur de la perforation / diamètre des particules varie entre 15 et 20 et, de plus, la hauteur des perforations est environ 10 fois supérieure à l'épaisseur de couche. Il s'ensuit que sur un demi-tour de l'agitateur, des espaces quasiment vides de particules apparaissent, limitant la surface de contact plaque-produit et augmentant le temps de contact du produit situé au centre de la perforation. On observe également un déplacement radial du produit vers l'extérieur de la plaque ce qui conduit à une légère augmentation de la hauteur de couche à la partie périphérique de la plaque et, par conséquent, à une réduction de la surface de contact.

Tous ces éléments devraient conduire à déconseiller l'emploi de ce type de pale; néanmoins, l'utilisation de brosses permettant de réduire le temps de contact comme l'a fait MOLLEKOPF (1983), a été rapidement abandonnée car une quantité importante de produit restait collée aux brosses pendant la pesée et, de plus, le raclage de la plaque était quasiment inexistant en début d'opération. En outre, les pales non perforées ou à perforations de faible taille ne permettent pas d'éviter la prise en masse et le glissement de la couche de produit en début d'opération.

6.1.2.2. Analyse des cinétiques de séchage

Comme nous l'avons observé pour les billes d'alumine, deux phases peuvent être distinguées dans l'évolution des courbes de cinétique de séchage (figures < 6.3 > et < 6.5 >). Dans le cas de la pulpe de manioc, la phase initiale est caractérisée par une relative constance de la vitesse de séchage \bar{m} ; cette période se poursuit jusqu'à une teneur en eau de l'ordre de 0,6 kg/kg (b.s.). La phase à vitesse décroissante ne débute nettement que pour $X = 0,4$ kg/kg (b.s.). Durant cette deuxième phase, l'allure de la vitesse de séchage est tout à fait conforme à celle obtenue pour l'alumine, c'est à dire une faible décroissance de \bar{m} jusqu'à $X = 0,2$ kg/kg (b.s.) puis une diminution rapide, quasi-linéaire jusqu'à X_{equ} .

Elle correspond au domaine de teneur en eau où le produit a un comportement hygroscopique puisque la limite de saturation de la pulpe de manioc est proche de 0,4 kg/kg (b.s.), ainsi que nous l'avons montré au chapitre /3/. De même, comme le traduisent les figures < 6.4 > et < 6.6 >, la forme de l'évolution de la température de couche T_B est analogue à celle établie pour les billes d'alumine : d'abord une augmentation lente au fur et à mesure que X décroît, le passage par un minimum puis une forte élévation aux faibles humidités, expliquée par une diminution de \bar{m} et l'augmentation simultanée du flux de chaleur sensible.

Entre ces deux phases ($0,4 < X < 0,6$ kg/kg (b.s.)), apparaît une période de transition où l'influence de la phase initiale est encore sensible à la fois sur les courbes cinétiques et sur la température de couche. Il semble que la couche de produit soit composée à la fois de particules contenant encore de l'eau libre et d'autres granules contenant exclusivement de l'eau liée (domaine hygroscopique).

En première phase, l'évolution de la vitesse de séchage est similaire à celle observée par TSOTSAS et SCHLÜNDER (1986) pour des billes de silicate de magnésium macroporeuses et non hygroscopiques. Néanmoins, l'analogie se limite à l'allure de ces courbes puisque comme l'explicitent les figures < 6.4 > et < 6.6 >, l'évolution de la température moyenne de la couche agitée ne correspond pas à la température de couche constante observée par ces auteurs. De même, l'élévation de température n'est pas accompagnée d'une augmentation simultanée de la vitesse de séchage ainsi que nous l'avons mis en évidence pour les billes d'alumine.

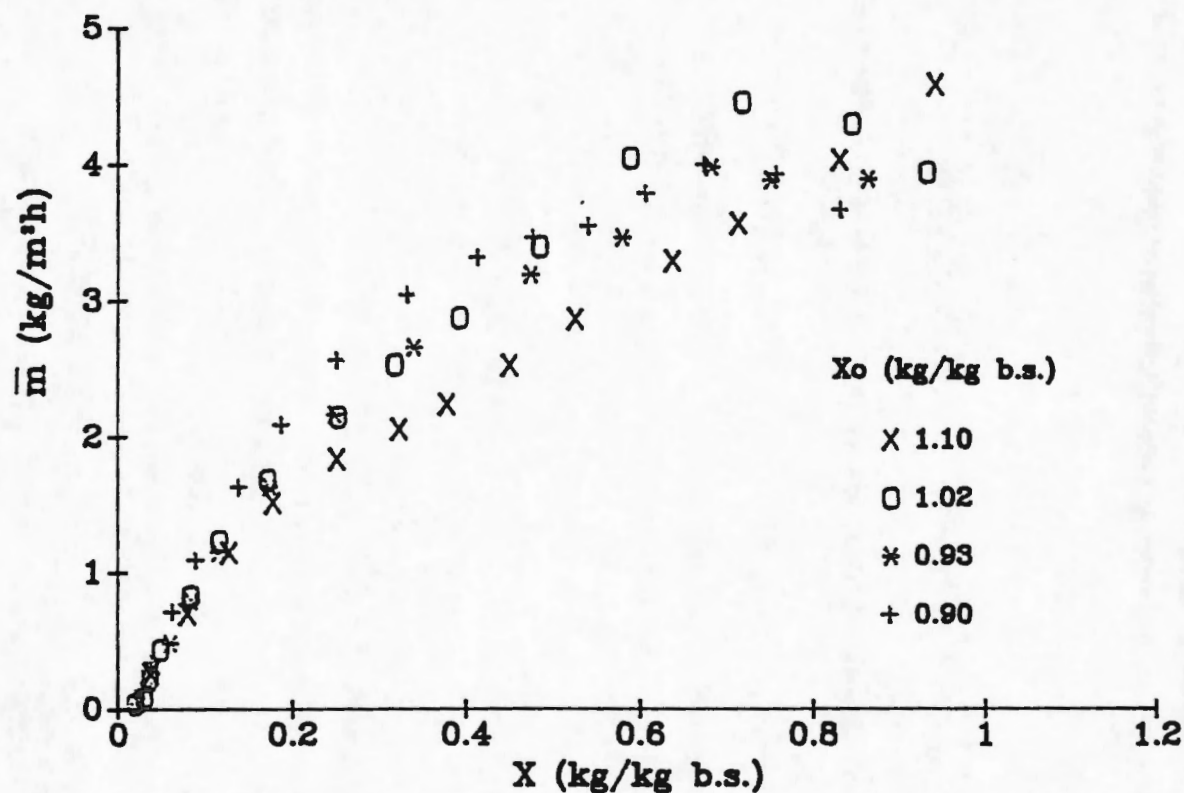


Figure < 6.3 > : Cinétiques expérimentales de séchage de la pulpe de manioc.
Influence de l'humidité initiale - $T_p = 105^\circ\text{C}$ - $Z = 14$ t/mn.

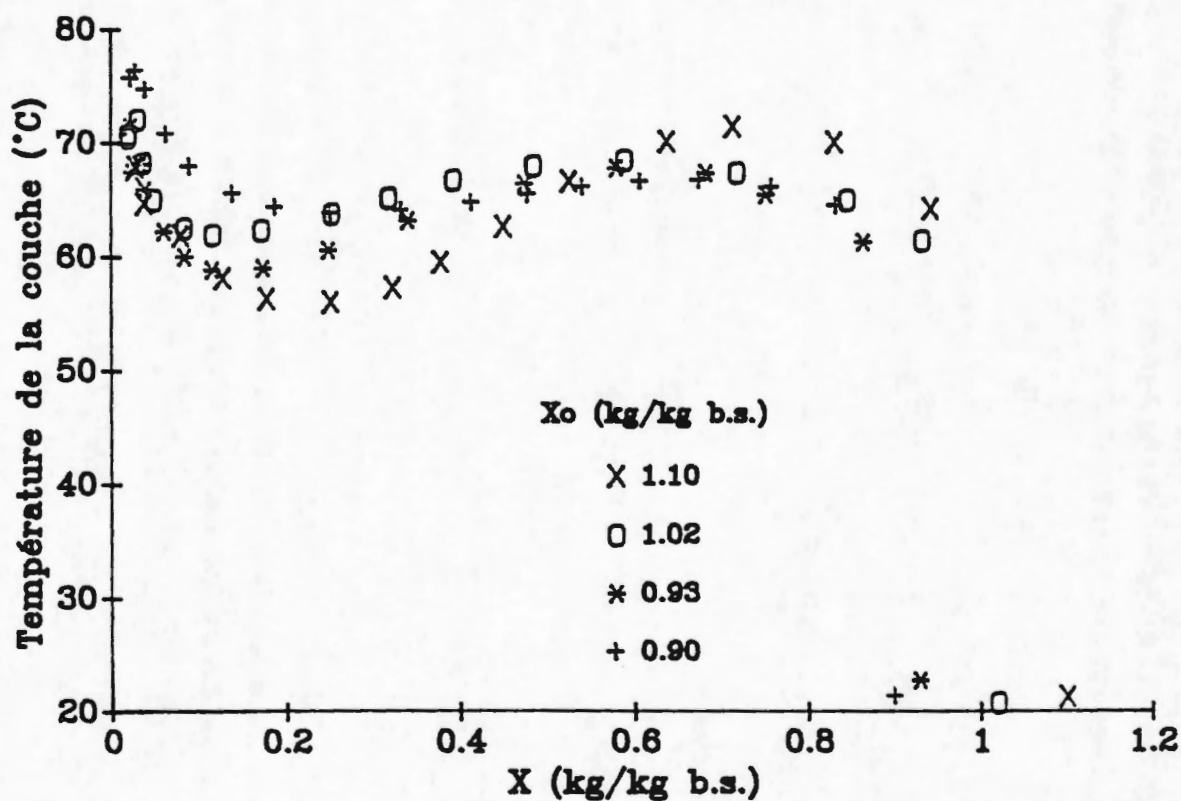


Figure < 6.4 > : Courbes d'évolution de la température de la couche en fonction de la teneur en eau correspondant aux cinétiques de séchage présentées à la fig. < 6.3 >.

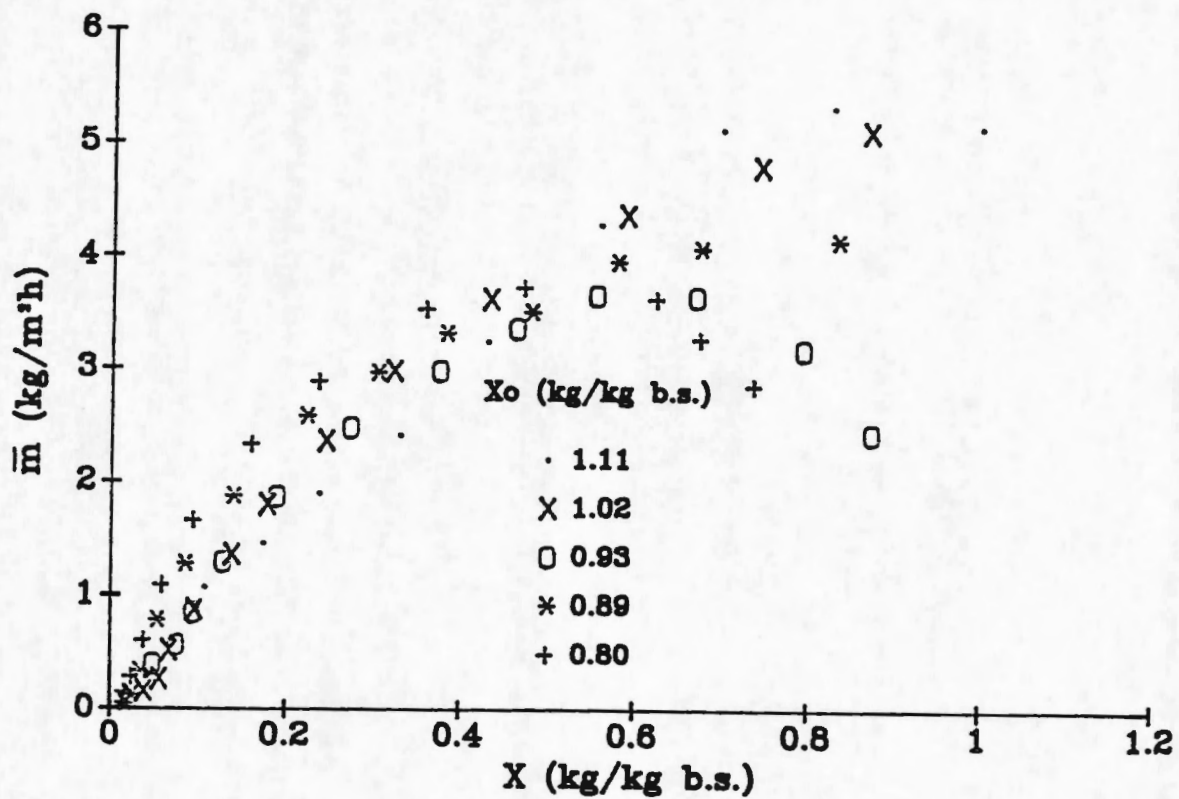


Figure < 6.5 > : Cinétiques expérimentales de séchage de la pulpe de manioc.
Influence de l'humidité initiale - $T_p = 115^\circ\text{C}$ - $Z = 14 \text{ t/mn}$.

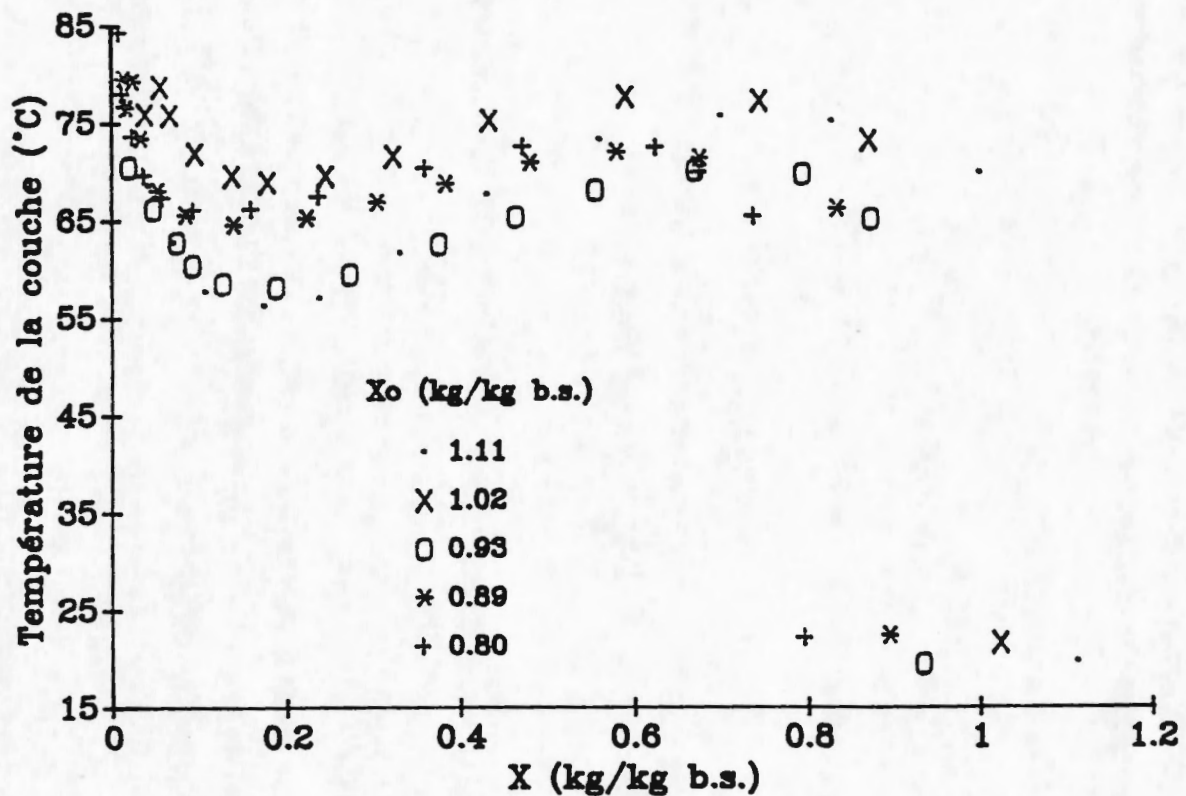


Figure < 6.6 > : Courbes d'évolution de la température de la couche en fonction de la teneur en eau correspondant aux cinétiques de séchage présentées à la fig. < 6.5 >.

Il est probable que ces évolutions respectives de \bar{m} et T_B résultent du changement drastique des propriétés rhéologiques de la pulpe de manioc au cours du séchage. En effet, la détérioration des conditions de mélange conduit à limiter l'évaporation puisque la diffusion de la vapeur vers l'atmosphère est réduite (augmentation de la résistance de diffusion massique dans la couche). En outre, les phénomènes de croûtage et la taille importante des agglomérats formés peuvent avoir un effet limitant sur la vitesse de séchage \bar{m} du fait de l'accroissement de la résistance de diffusion interne de ces particules. On peut également penser que la disponibilité de l'eau est réduite dans le produit puisque cette eau est mobilisée par le changement structural résultant de la gélatinisation.

Il reste que la vitesse de séchage étant limitée, la chaleur sensible fournie à la couche est accrue, et ce d'autant plus que le coefficient de pénétration de la chaleur h_b est élevé, puisque l'effusivité b_b de la couche est importante. La forte élévation de la température moyenne de la couche en début d'opération est la conséquence logique de ces phénomènes.

Dès lors que le produit a une humidité suffisamment faible pour qu'il puisse s'écouler librement, le flux de chaleur transmis à la couche va diminuer, essentiellement en raison de la diminution du coefficient h_b (baisse de l'effusivité de la couche). Par suite, la vitesse de séchage et la température de couche vont décroître, jusqu'à ce que le produit entre dans son domaine de comportement hygroscopique. Néanmoins, l'histoire du produit en phase initiale joue un rôle capital puisque celle-ci affecte la granulométrie des particules. Or, ainsi que l'a montré MOLLEKOPF (1983) l'influence de la granulométrie est importante dans le cas du séchage par contact, la vitesse de séchage diminuant fortement avec l'augmentation de la taille des particules. L'interprétation de ces phénomènes de transfert sera approfondie dans les paragraphes suivants au travers de l'étude de l'influence des divers paramètres opératoires, à savoir l'humidité initiale X_0 , la température de plaque T_p , et la vitesse de rotation de l'agitateur Z .

6.1.2.3. Influence de l'humidité initiale

La teneur initiale en eau du produit affecte notablement à la fois l'allure de séchage et la température de la couche de produit, notamment pour les faibles vitesses de rotation de l'agitateur.

Ainsi que l'illustrent les figures < 6.3 > et < 6.5 >, les vitesses de séchage obtenues en première phase sont plus élevées pour les fortes humidités initiales. En deuxième phase, au contraire la vitesse de séchage diminue d'autant plus vite que la teneur initiale en eau est élevée. En fin de séchage, ($X < 0,2$ kg/kg (b.s.)), l'écart entre les courbes de séchage à différentes humidités initiales devient non significatif. Pour $X_0 > 1,03$ kg/kg (b.s.), la forme de la courbe est elle-même affectée et la période à vitesse constante peut disparaître. L'influence de l'humidité initiale X_0 est nettement moins significative pour $Z = 30$ t/mn quelle que soit la phase de séchage (cf figure < 6.7 >).

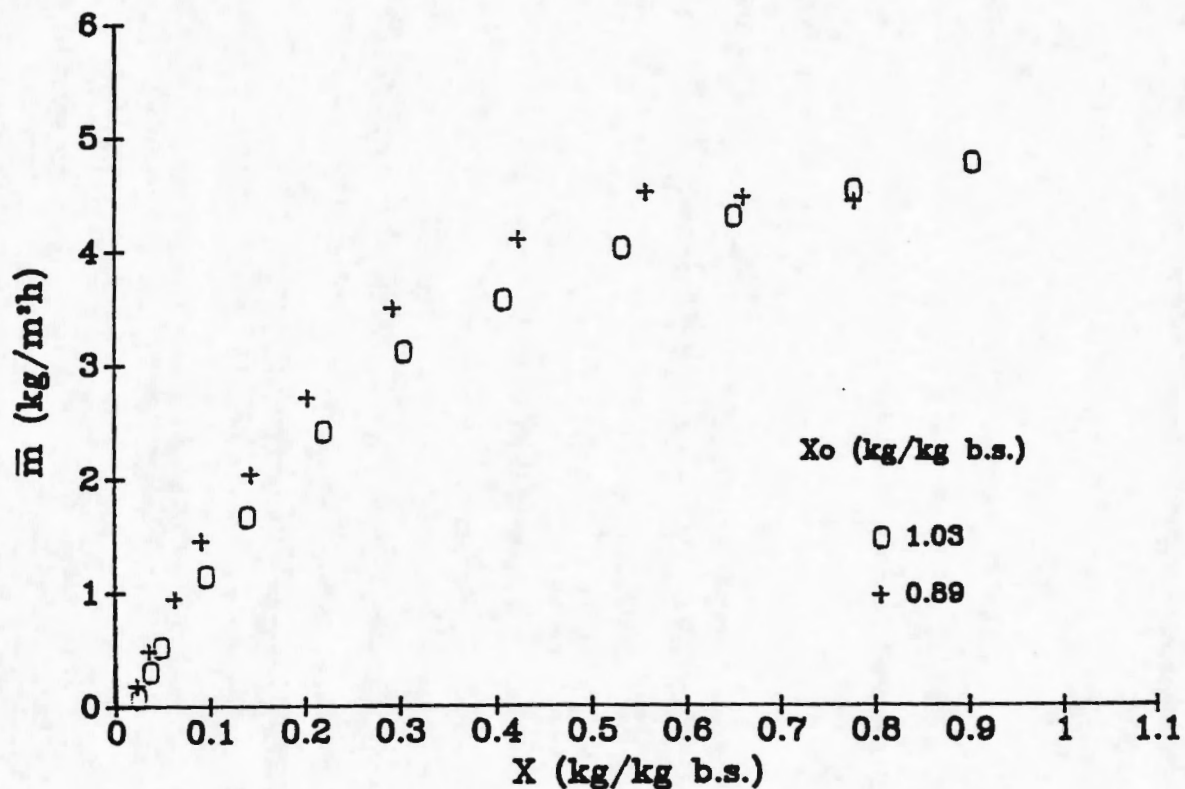


Figure < 6.7 > : Cinétiques expérimentales de séchage de la pulpe de manioc.
Influence de l'humidité initiale - $T_p = 105^\circ\text{C}$ - $Z = 30 \text{ t/mn}$.

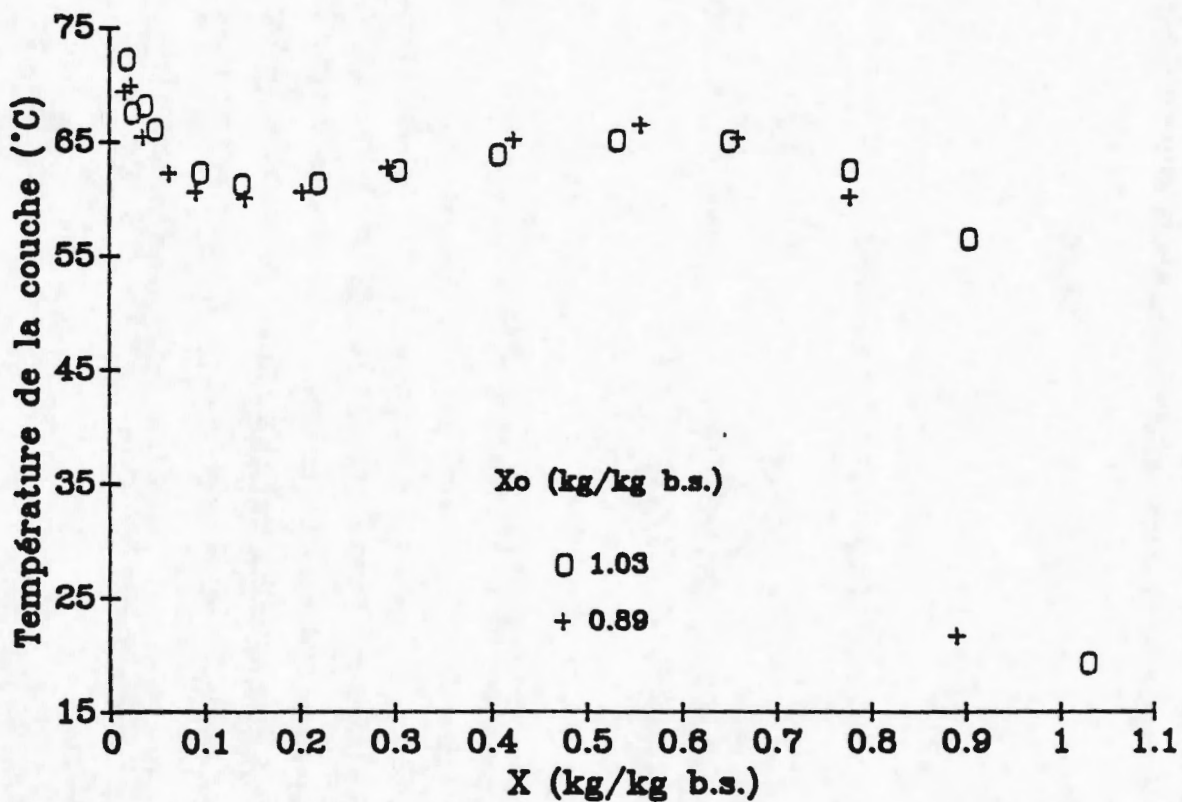


Figure < 6.8 > : Courbes d'évolution de la température de la couche en fonction de la teneur en eau correspondant aux cinétiques de séchage présentées à la fig. < 6.7 >.

Par ailleurs, comme l'indiquent les figures < 6.4 > et < 6.6 >, le pic de température observé en début de séchage est notablement influencé par la teneur initiale en eau ; il est d'autant plus élevé que X_0 est élevé. Pour $Z = 30$ t/mn, ces fluctuations de température sont réduites (cf figure < 6.8 >).

L'explication qualitative de l'influence de X_0 est la suivante. Comme nous l'avons mentionné une forte teneur initiale en eau entraîne l'apparition d'un nombre élevé de grumeaux plus ou moins gros, qui contribuent à limiter la vitesse de séchage de la couche. Ces gros agglomérats subsistent durant la majeure partie de la deuxième phase et ne sont brisées qu'en toute fin de séchage sous l'effet de l'agitation, lorsque leur teneur en eau interne devient insuffisante pour assurer leur cohésion. Ceci peut expliquer la réduction de la vitesse de séchage durant la deuxième phase et le rapprochement des différentes cinétiques en toute fin de séchage. Il est possible également que pour $X < 0,2$ kg/kg (b.s.), le comportement hygroscopique contribue à ce rapprochement.

6.1.2.4. Influence de la température

Comme l'illustre la figure < 6.9 >, l'influence de la température de plaque T_p sur la vitesse de séchage est plus faible que dans le cas de l'alumine ; on observe toutefois une augmentation de \bar{m} lorsque l'on augmente T_p . L'effet est plus marqué en première phase de séchage, alors qu'en deuxième phase l'influence est limitée, jusqu'à devenir non significative pour $X < 0,2$ kg/kg (b.s.), quelle que soit la vitesse d'agitation (cf figures < 6.9 > et < 6.11 >).

Cette faible influence de la température de plaque en deuxième phase peut s'expliquer par la mauvaise effusivité b_b de la couche de pulpe de manioc et également par la faible augmentation de cette grandeur avec la température, (cf chapitre /4/), ce qui contribue à limiter la variation du coefficient de transfert h_b avec la température.

De même, l'influence de la température de plaque sur la température de la couche T_B est plus limitée que dans le cas de l'alumine (figures < 6.10 > et < 6.12 >).

Il faut en outre rappeler que la présence d'une couche stationnaire de particules sèches au contact de la plaque, telle qu'elle a été observée au cours des essais, bloque fortement le transfert de chaleur du fait de sa mauvaise conductivité thermique. La forte influence de cette résistance supplémentaire a d'ailleurs été soulignée par SCHLÜNDER et TSOTSAS (1988) et apparaît également dans le cas du séchage des billes d'alumine en absence d'agitation (cf chapitre / 5 /).

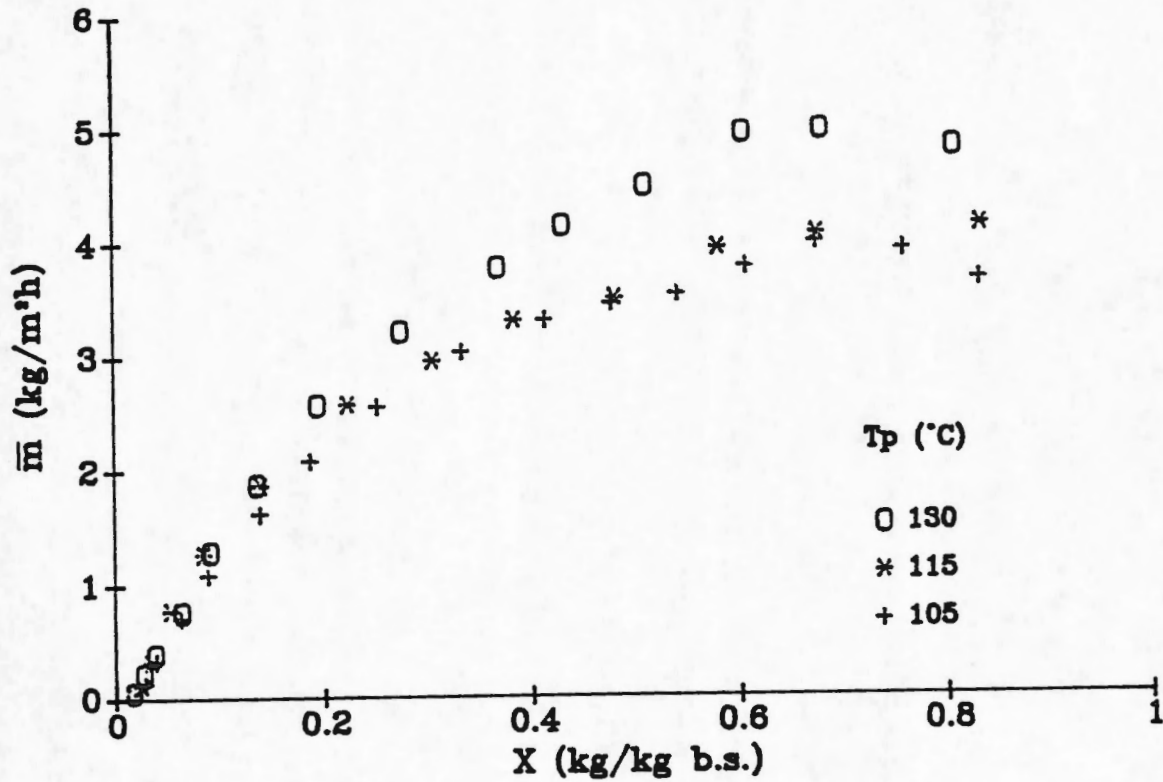


Figure < 6.9 > : Cinétiques expérimentales de séchage de la pulpe de manioc.
Influence de la température de plaque - $X_0 = 0,9$ kg/kg (b.s.) - $Z = 14$ t/mn.

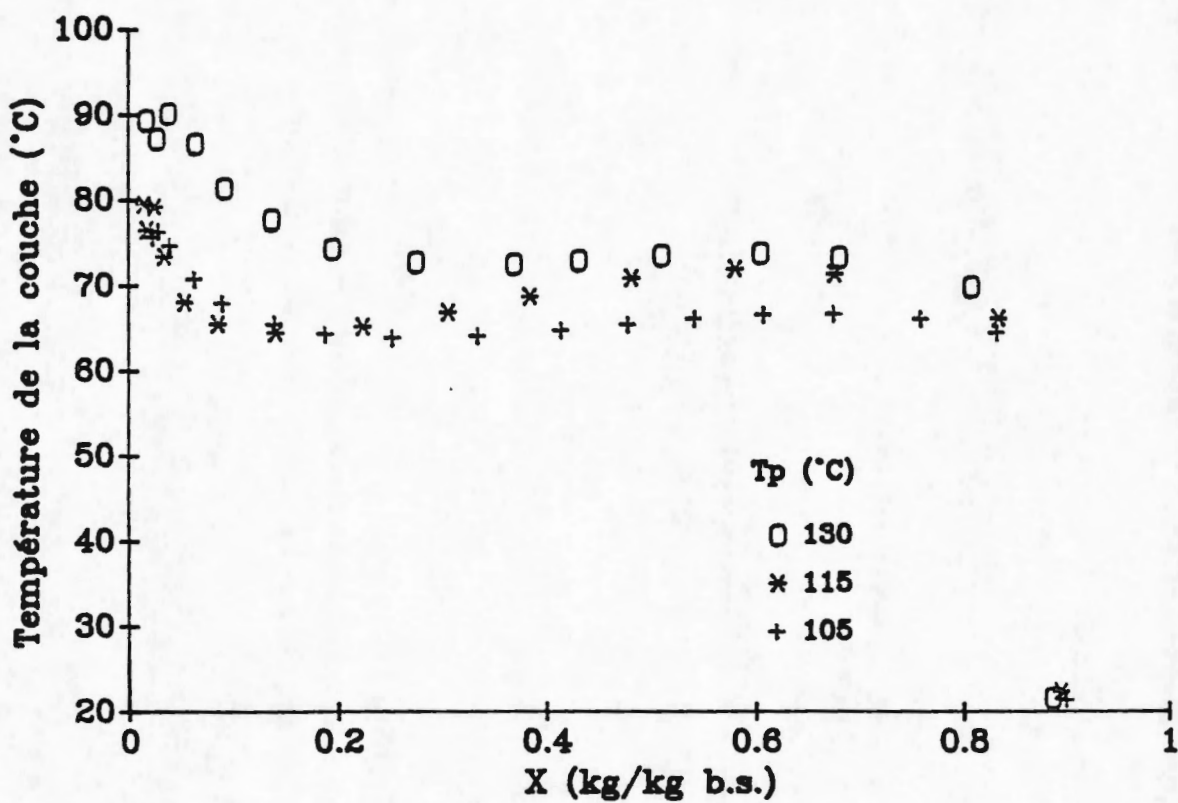


Figure < 6.10 > : Courbes d'évolution de la température de la couche en fonction de la teneur en eau correspondant aux cinétiques de séchage présentées à la fig. < 6.9 >.

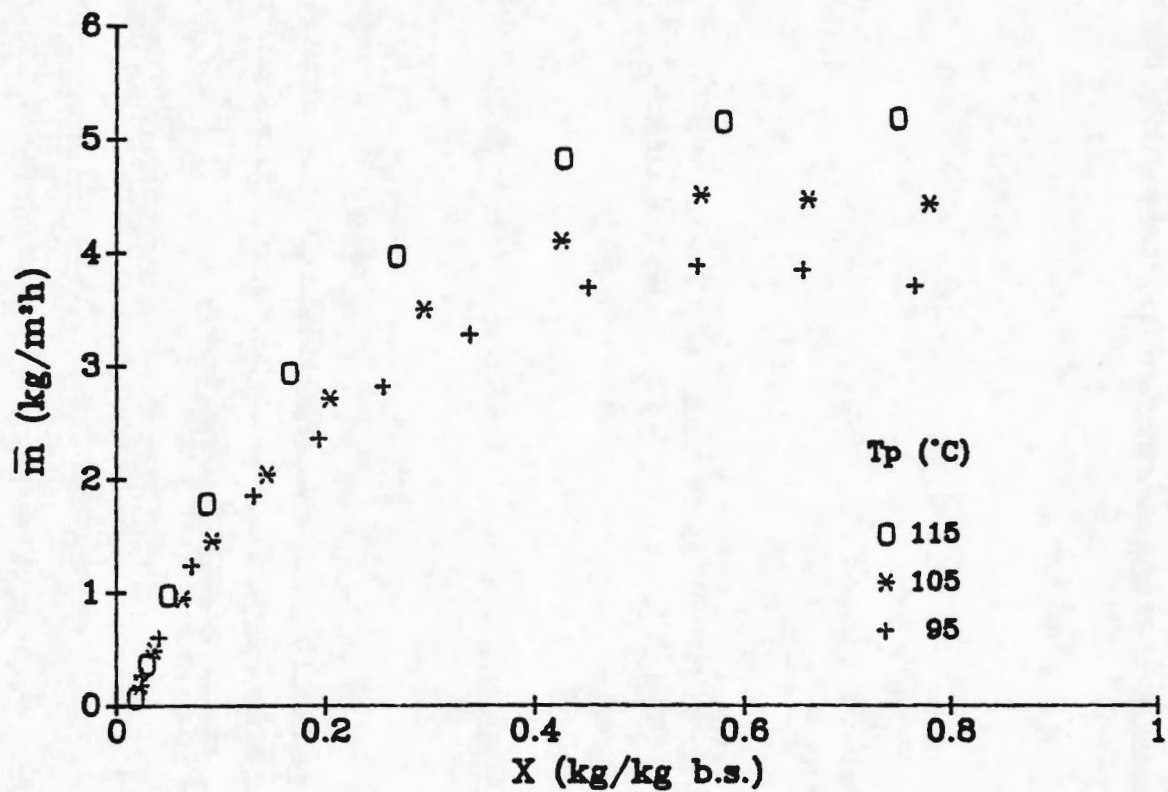


Figure < 6.11 > : Cinétiques expérimentales de séchage de la pulpe de manioc.
Influence de la température de plaque - $X_0 = 0,9 \text{ kg/kg (b.s.)}$ - $Z = 30 \text{ t/mn.}$

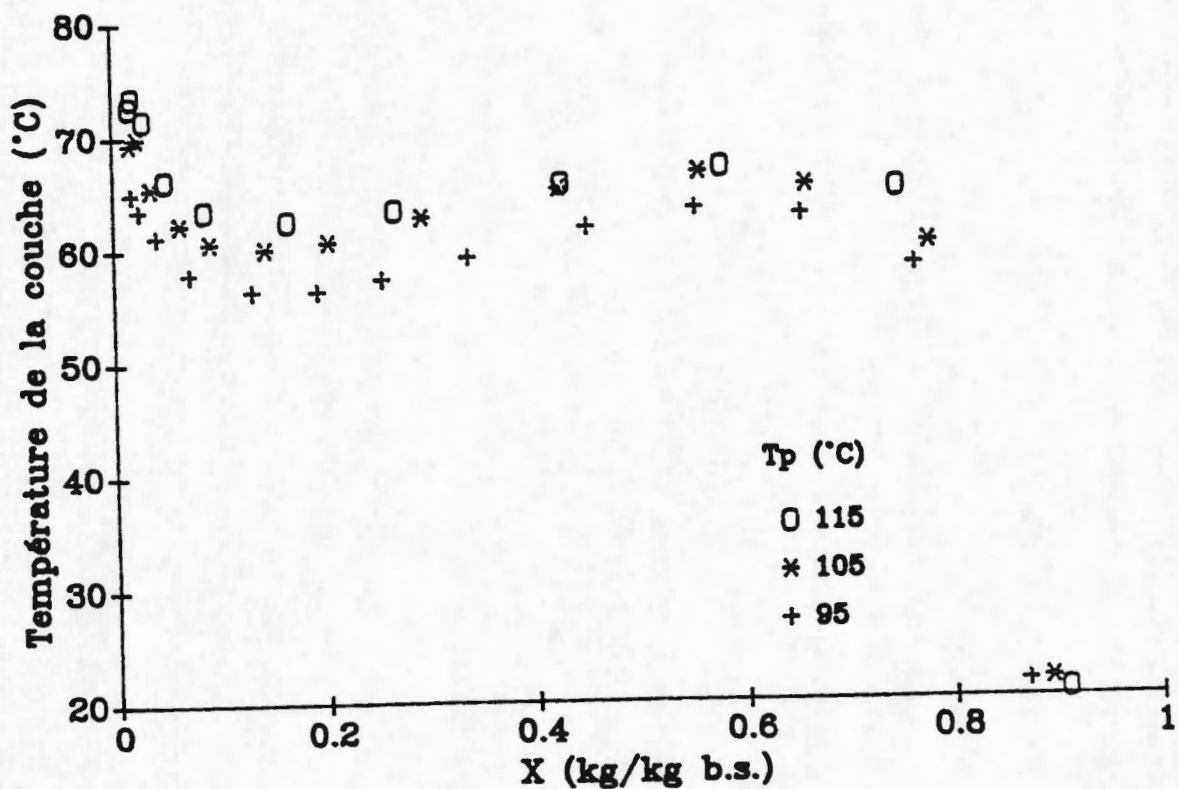


Figure < 6.12 > : Courbes d'évolution de la température de la couche en fonction de la teneur en eau correspondant aux cinétiques de séchage présentées à la fig. < 6.11 >.

6.1.2.5. Influence de vitesse de rotation

Contrairement à ce qui a été mis en évidence pour les billes d'alumine, l'augmentation de la vitesse de rotation de l'agitateur entraîne une amélioration significative de la vitesse de séchage ainsi que l'indiquent les figures < 6.13 > et < 6.15 >.

L'augmentation de la vitesse de séchage la plus nette est observée pour les teneurs initiales en eau les plus faibles, tandis que pour les fortes humidités initiales, la vitesse de séchage est plus fortement améliorée dans un domaine de teneur en eau allant de 0,2 et 0,6 kg/kg (b.s.). Pour $X_0 < 0,9$ kg/kg (b.s.), la différence entre les courbes à $Z = 14$ t/mn et

et $Z = 30$ t/mn est quasiment constante en début de séchage, ces courbes se rejoignant au

Ces observations sont en accord avec les travaux de MOLLEKOPF (1983). En effet, pour des particules de faible taille le transfert de chaleur va être limité essentiellement par la résistance à la pénétration de la chaleur $1/h_b$. Ainsi, dans le domaine où le produit a un comportement granulaire, une augmentation de Z induit une amélioration de h_b et par conséquent de \bar{m} . Pour les fortes humidités initiales, la formation de particules de taille élevée dont le séchage est plus fortement limité par la résistance de contact $1/h_{pc}$ conduit à réduire l'influence de la vitesse d'agitation Z .

En outre, ainsi que l'ont souligné TOEI et al. (1984), l'augmentation de la vitesse de rotation Z limite l'épaisseur de la couche stationnaire de particules sèches et entraîne la formation de gradients de vitesse dans cette couche. Par conséquent, l'effet de blocage du transfert de chaleur résultant de la présence de cette couche est d'autant plus limité que Z est élevé.

La diminution du pic de la température moyenne de couche, apparaissant sur les figures < 6.14 > et < 6.16 >, résulte des mêmes phénomènes puisque l'amélioration de \bar{m} en première phase contribue à diminuer T_B et à l'inverse l'augmentation de h_b en deuxième phase entraîne une augmentation de T_B .

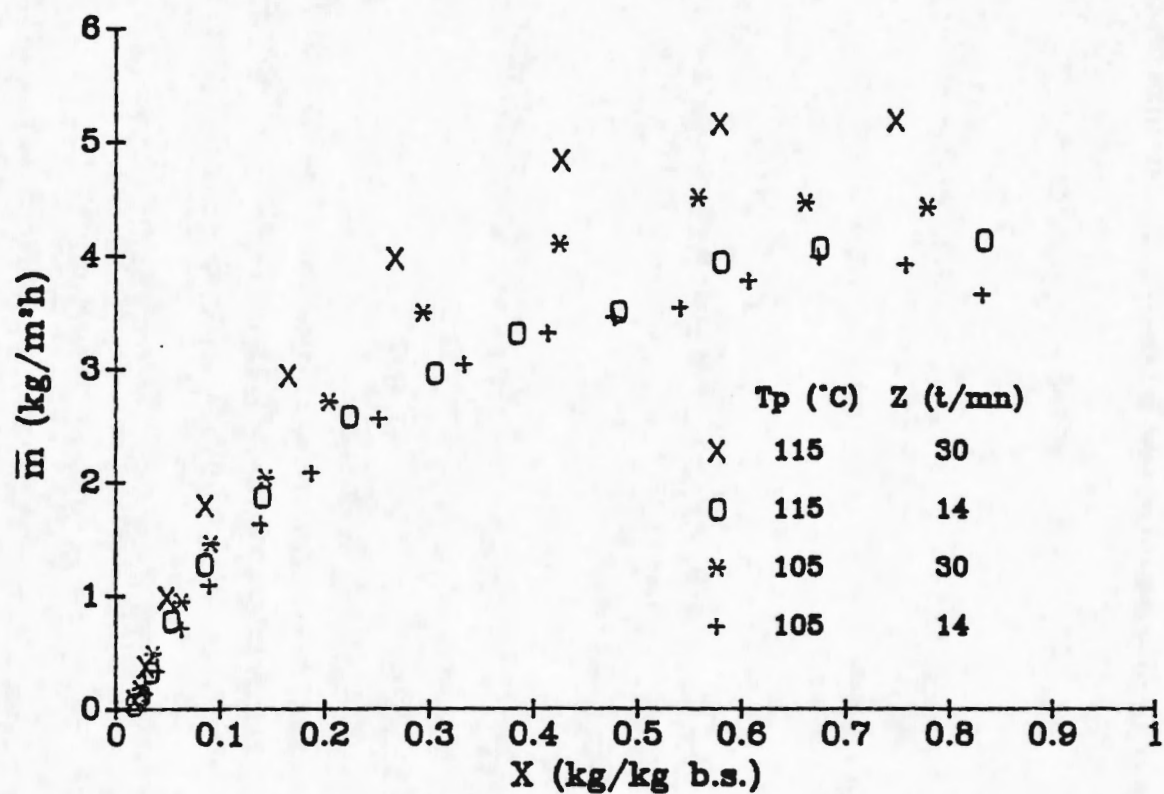


Figure < 6.13 > : Cinétiques expérimentales de séchage de la pulpe de manioc.
Influence de la vitesse de rotation de l'agitateur - $X_0 = 0,9 \text{ kg/kg (b.s.)}$

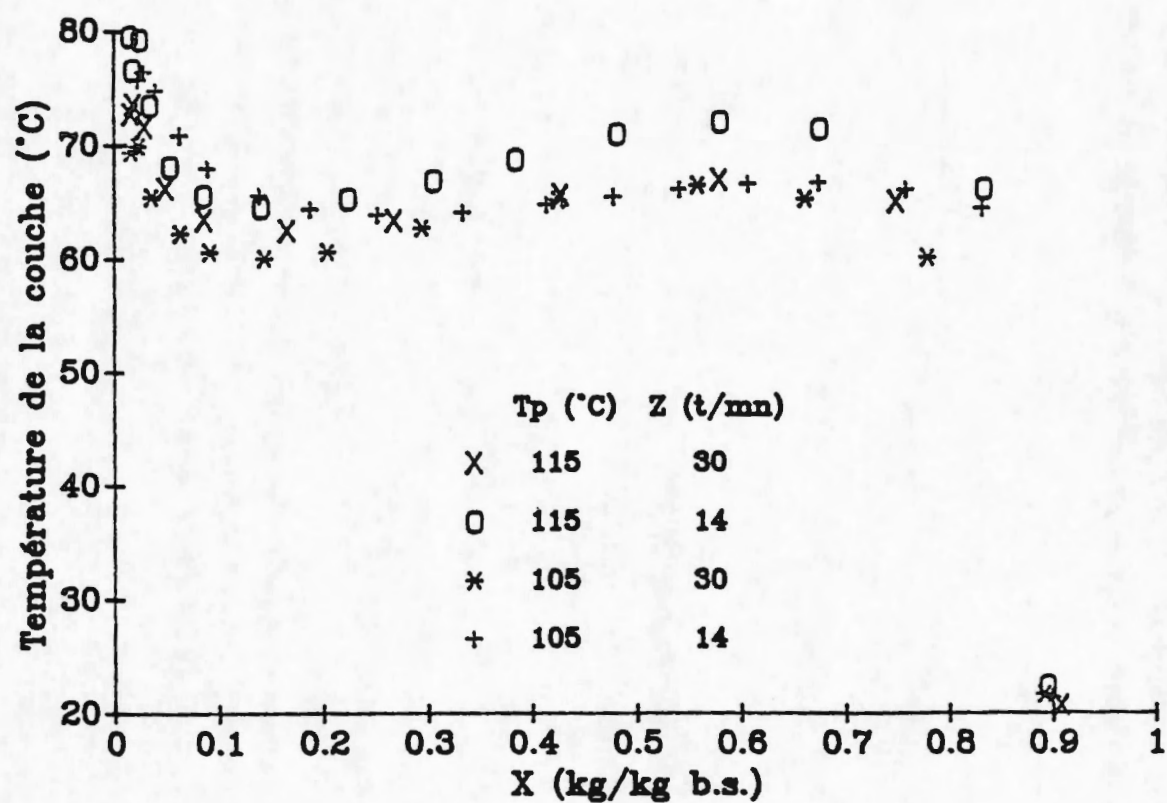


Figure < 6.14 > : Courbes d'évolution de la température de la couche en fonction de la teneur en eau correspondant aux cinétiques de séchage présentées à la fig. < 6.13 >.

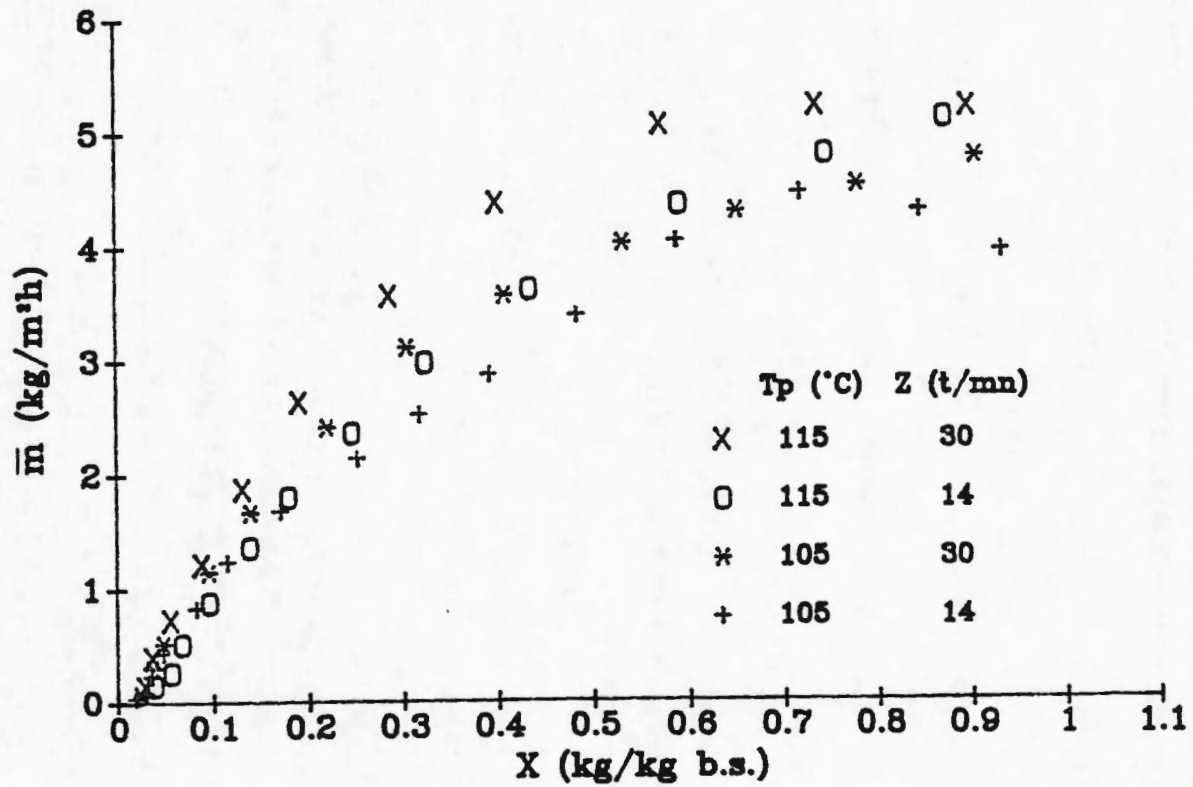


Figure < 6.15 > : Cinétiques expérimentales de séchage de la pulpe de manioc.
Influence de la vitesse de rotation de l'agitateur - $X_0 = 1,02 \text{ kg/kg (b.s.)}$

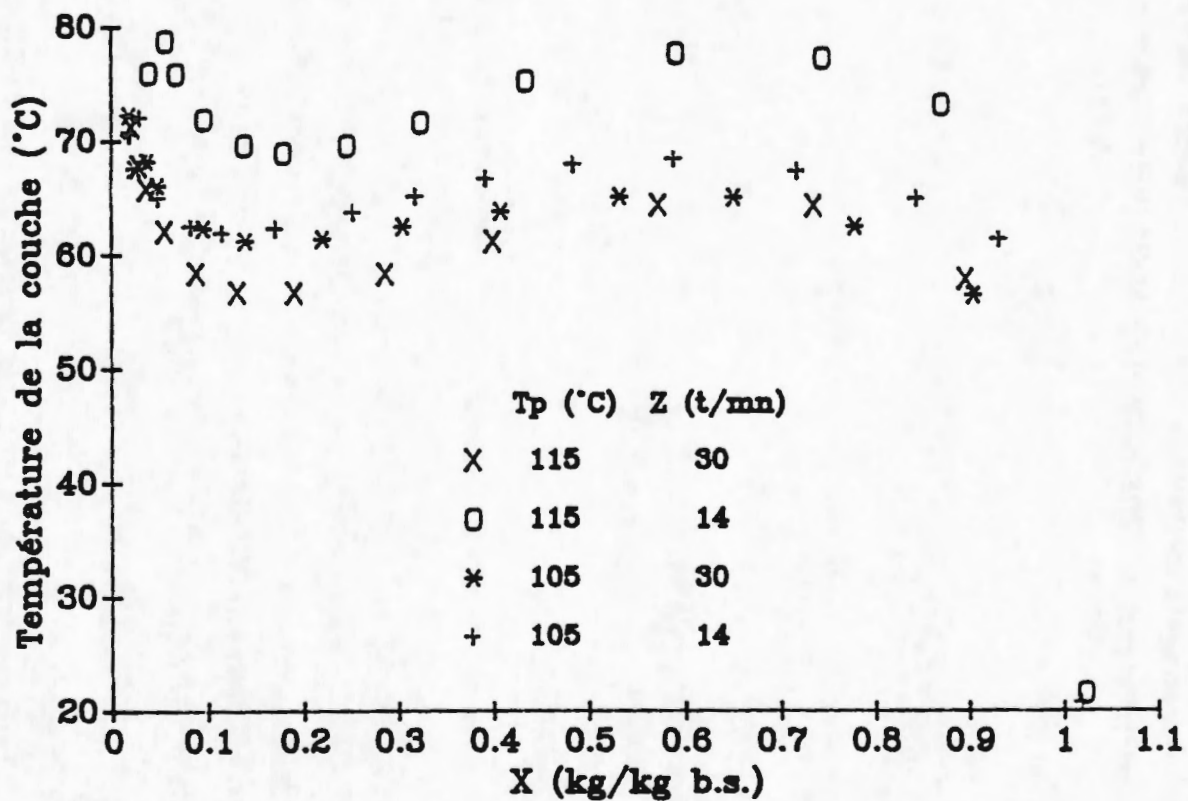


Figure < 6.16 > : Courbes d'évolution de la température de la couche en fonction de la teneur en eau correspondant aux cinétiques de séchage présentées à la fig. < 6.15 >.

6.1.2.6. Conclusions

Les essais de séchage par contact de la pulpe de manioc et leur interprétation nous ont permis d'aboutir aux conclusions suivantes :

- le séchage par contact de la pulpe de manioc est limité essentiellement par la résistance à la pénétration de la chaleur à travers la couche puis par le comportement hygroscopique de ce produit lorsque $X < 0,2 \text{ kg/kg (b.s.)}$.
- l'évolution rhéologique du produit conditionne de manière très significative le processus de séchage. Ainsi une forte teneur initiale en eau de la pulpe de manioc ($X_0 > 0,93 \text{ kg/kg (b.s.)}$) qui conduit à la formation d'un nombre important d'agglomérats de taille élevée, entraîne une réduction de la vitesse de séchage. A l'inverse, un accroissement de la vitesse d'agitation, qui facilite la réduction de ces grosses particules conduit à une augmentation notable de la vitesse de séchage.

6.1.3. Etude de la gélatinisation

6.1.3.1. Cinétiques de gélatinisation

Les cinétiques de gélatinisation de l'amidon au cours de la cuisson ont été établies pour les conditions expérimentales correspondant aux essais 1 à 7 (cf tableau [6.1]).

Malgré une certaine dispersion des taux de gélatinisation mesurés, les courbes d'évolution du taux de gélatinisation f_g représentées aux figures < 6.17 > et < 6.18 > traduisent une forte augmentation de f_g au cours des 5 premières minutes de l'opération, temps au bout duquel ce taux atteint quasiment sa valeur finale ; ce temps de 5 minutes correspond approximativement à une teneur en eau de $0,6 \text{ kg/kg (b.s.)}$, qui est l'humidité limite du comportement pâteux. Ainsi, la faible variation de f_g au delà de la période initiale de 5 minutes de cuisson peut être expliquée par la résultante des deux phénomènes suivants :

- la baisse de la température de couche T_B observée lors du changement de structure rhéologique du produit ;
- la faible teneur en eau de la couche, insuffisante pour que la gélatinisation puisse se poursuivre de manière notable au regard de la faible température moyenne de la couche granulaire.

Il est donc probable que l'essentiel de la réaction de gélatinisation se produise durant la phase initiale de séchage. La dispersion des résultats qui se matérialise par des fluctuations du taux de gélatinisation mesuré, est liée à la fois à la méthode de travail et au phénomène lui-même ; en effet, l'hétérogénéité du produit en phase initiale de séchage rend extrêmement difficile le prélèvement d'un échantillon représentatif de l'ensemble de la couche.

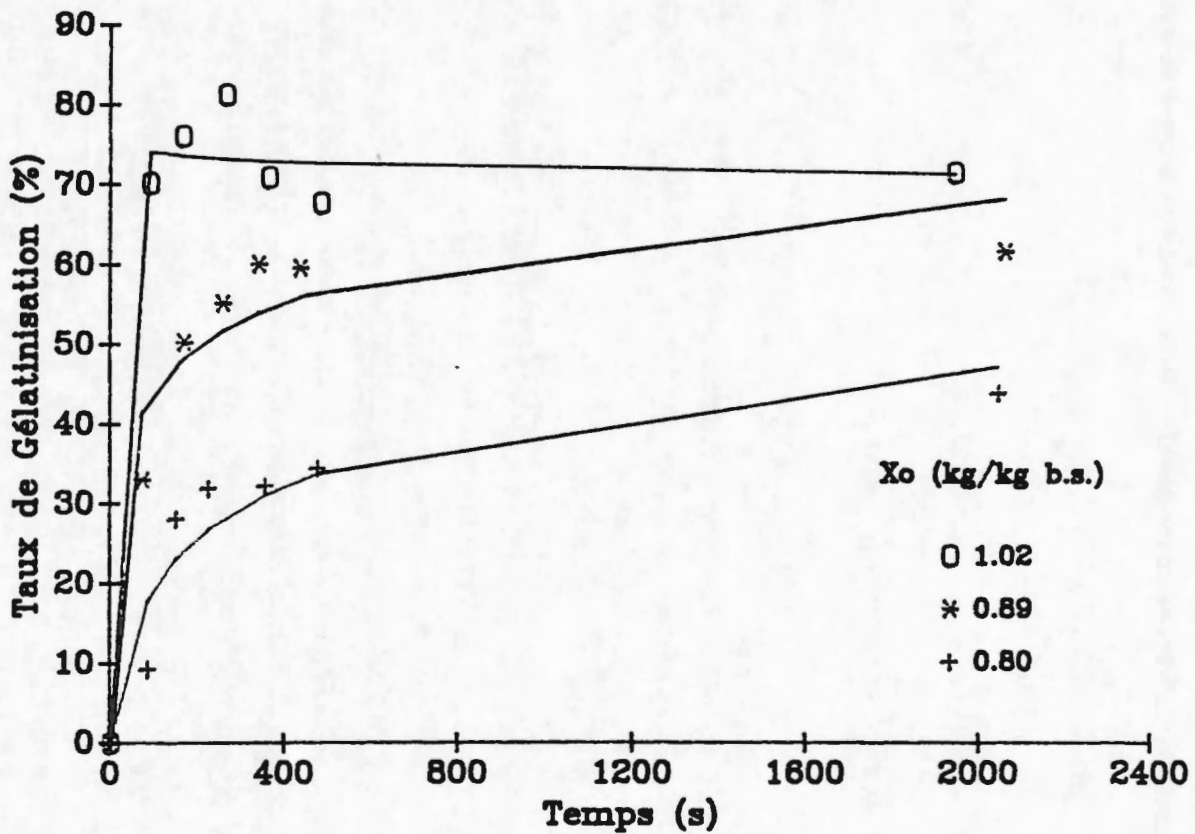


Figure < 6.17 > : Cinétiques expérimentales de gélatinisation de la pulpe de manioc.
Influence de l'humidité initiale - $T_p = 115^\circ\text{C}$ - $Z = 14$ t/mn

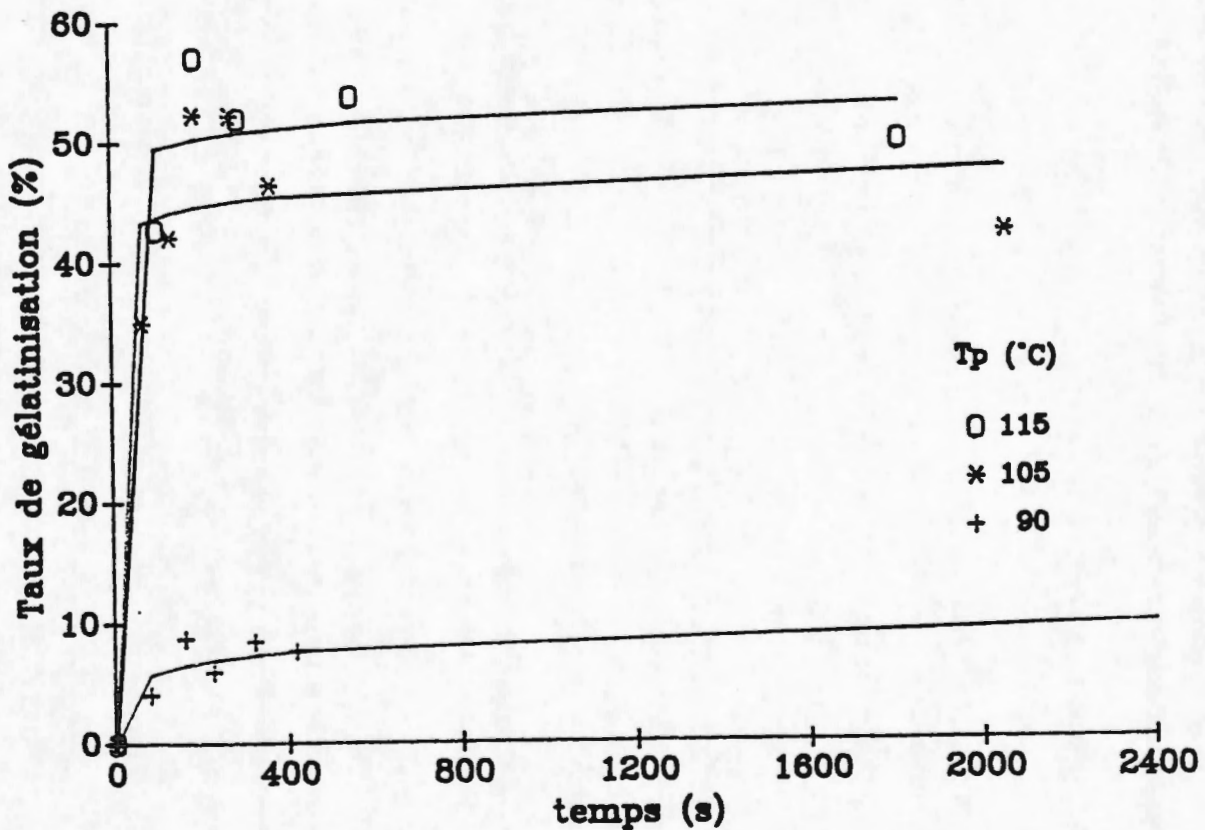


Figure < 6.18 > : Cinétiques expérimentales de gélatinisation de la pulpe de manioc.
Influence de la température de plaque - $X_0 = 0,93$ kg/kg (b.s.) - $Z = 14$ t/mn

Par ailleurs, les échantillons prélevés en cours d'opération subissent un refroidissement progressif lorsqu'il sont extraits de la couche chaude. Conformément à ce qui a été signalé au chapitre /2/, on peut penser que l'amidon subit alors une rétrogradation conduisant à la mise en place d'une nouvelle structure cristalline, plus résistante aux hydrolyses enzymatiques. Il résulte que les taux de gélatinisation mesurés par la méthode enzymatique sont certainement sous-estimés et vont être affectés par la plus ou moins grande recristallisation s'opérant au cours de la rétrogradation, phénomène d'autant plus important que la teneur en eau est élevée.

Enfin, il peut éventuellement se produire un phénomène de recuit sous l'effet des fortes températures de couche régnant en fin de séchage. Ce dernier phénomène induit également une recristallisation de l'amidon et donc une diminution apparente de f_g .

Malgré ces imprécisions, les courbes obtenues permettent de penser que la température de plaque et la teneur initiale en eau du produit vont avoir une influence significative sur le taux de gélatinisation final, qui semble augmenter nettement lorsque T_p ou X_0 augmentent. Ceci devra néanmoins être confirmé par l'étude plus complète du taux final de gélatinisation présentée ci-après.

6.1.3.2. Etude du taux final de gélatinisation

Le tableau [6.2] présente les valeurs des taux de gélatinisation mesurés pour chaque classe granulométrique ainsi que les taux moyens et pondérés obtenus à l'issue de chaque expérience.

Influence de la granulométrie

On observe une forte variation du taux de gélatinisation en fonction de la taille des grains, celui-ci augmentant généralement avec le diamètre des particules. Les valeurs obtenues pour la classe granulaire 0 - 400 μm sont nettement inférieures à celles mesurées sur les autres fractions.

Ceci peut être expliqué par un séchage très rapide des fines particules au contact de la plaque, limitant ainsi la réaction de gélatinisation du fait de la faible teneur en eau des grains.

Les travaux de TSOTSAS (1985) sur le séchage des couches granulaires polydispersées confirment cette hypothèse, puisque cet auteur a montré que les particules de faibles tailles se regroupent au voisinage de la plaque et sèchent les premières.

Cette forte influence du diamètre des particules conduit évidemment à une grande variabilité du taux de gélatinisation moyen qui va dépendre des conditions d'échantillonnage. Ceci conduit à penser que seul le taux de gélatinisation pondéré sera représentatif de l'état de modification de l'amidon dans le produit.

Tableau [6.2] : Taux finaux de gélatinisation pour les différentes conditions

N° MANIP	Z (t/mn)	T _P (°C)	X ₀ (kg/kg)	f _g (%)				
				0 - 400 µm	400 - 1000 µm	1000 - 1500 µm	f _g moy (%)	f _g pond (%)
01	14	90,21	0,934	-	-	-	8,0	-
02	14	114,77	0,933	-	-	-	50,5	-
03	14	105,21	0,928	-	-	-	47,1	-
04	14	114,96	0,796	-	-	-	35,6	-
05	14	114,99	0,894	-	-	-	52,1	-
06	14	114,68	1,022	-	-	-	72,8	-
07	14	90,22	1,016	-	-	-	18,1	-
08	14	105,13	1,019	40,9	50,3	57,8	49,7	52,4
09	14	105,04	0,900	38,5	44,0	45,7	42,7	42,6
10	14	122,70	0,886	42,5	68,9	72,9	63,8	66,6
11	14	129,89	1,032	47,8	76,2	74,3	66,1	72,5
12	14	114,48	1,112	31,9	56,1	70,2	52,7	59,7
13	14	105,03	1,099	26,9	49,7	55,4	44,0	47,7
14	30	104,35	1,029	19,1	47,1	53,7	40,0	40,1
15	30	114,53	1,032	42,7	52,1	63,5	52,8	53,9
16	30	95,05	1,028	26,8	43,0	43,8	37,9	38,4
17	30	114,36	0,907	42,8	72,2	63,5	59,5	60,9
18	30	105,12	0,891	45,9	62,6	51,1	53,2	55,7
19	30	95,04	0,870	34,2	49,0	46,2	43,1	42,0
20	30	104,85	1,008	34,1	60,6	82,0	57,1	54,2

Influence de la teneur initiale en eau

Contrairement à la forte influence de X_0 observée lors des expériences par Analyse Enthalpique Différentielle, les résultats obtenus ne nous permettent pas de conclure à une augmentation systématique de f_g avec X_0 , bien que cela soit observé dans certains cas. Néanmoins, comme le montrent les valeurs présentées dans le tableau [6.3], la variation de f_g avec X_0 semble fortement aléatoire.

Tableau [6.3] : Taux de gélatinisation pondérés $f_{g\text{pond}}$ en fonction de l'humidité initiale pour $T_p = 105^\circ\text{C}$

Z (t/mn)			
14		30	
X_0	$f_{g\text{pond}}$	X_0	$f_{g\text{pond}}$
0,90	42,6	0,89	55,7
1,02	52,4	1,01	54,2
1,10	47,7	1,03	40,1

Deux raisons principales peuvent être avancées pour expliquer ce phénomène :

- tout d'abord l'amélioration de la vitesse de séchage observée en phase initiale lorsque l'on augmente X_0 , ce qui a tendance à limiter l'influence de X_0 sur le taux de gélatinisation,
- enfin, et surtout, la grande variabilité dans les conditions de mélange du produit en début d'opération.

Les observations réalisées nous ont permis de distinguer deux types de phénomènes conduisant à des taux de gélatinisation très différents :

- formation d'agglomérats de pulpe contribuant à limiter la vitesse de séchage et produisant une gélatinisation hétérogène et superficielle des gros grains formés ; au cours du séchage ces grosses particules se brisent, ce qui entraîne l'apparition de fines particules faiblement gélatinisées. Globalement, le taux final de gélatinisation mesuré est plus faible comme l'indiquent les résultats de la manipulation 14.
- formation d'une fine croûte de pulpe au contact de la plaque ; cette croûte se brise lorsqu'elle est suffisamment sèche en donnant des particules de taille assez élevée et présentant un plus fort taux de gélatinisation (manipulation 20).

Le premier phénomène apparaît principalement à des teneurs initiales en eau variant de 0,9 à 1 kg/kg (b.s.) pour des températures de plaque modérées ($T_p < 105^\circ\text{C}$), tandis que le deuxième se produit systématiquement pour $X_0 > 1 \text{ kg/kg (b.s.)}$ et $T_p > 105^\circ\text{C}$.

On observe néanmoins que pour X_0 proche de 0,8 kg/kg (b.s.), et une température de plaque de 115°C , le taux de gélatinisation devient faible (35,6 %). Il semble donc que cette valeur de X_0 soit proche de la valeur limite pour laquelle la gélatinisation devient pratiquement inexistante dans le domaine de température de plaque étudié.

Influence de la température de plaque

Dans le domaine d'humidité initiale étudié, la température de plaque a une forte influence sur le taux de gélatinisation final. Conformément aux résultats obtenus par AED, ce taux croît fortement avec la température de la couche, température qui augmente elle-même de manière significative avec la température de plaque, comme cela a été souligné au paragraphe / 6.1.2./.

Ainsi que l'illustre la figure < 6.19 >, f_g subit une forte croissance entre $T_P = 90^\circ\text{C}$ et $T_P = 105^\circ\text{C}$, puis varie plus faiblement pour des températures de plaque plus élevées. Cette observation est en accord avec l'évolution du taux de gélatinisation observée par AED, f_g augmentant fortement entre 65 et 80°C puis de manière plus lente au-delà de 80°C . Pour $T_P = 90^\circ\text{C}$, le taux de gélatinisation reste très faible puisqu'il atteint seulement 18 % pour $X_0 = 1,02 \text{ kg/kg (b.s.)}$. La faible température de couche mesurée (65°C en première phase de séchage) explique cette valeur réduite de f_g . Il semble donc que ce niveau de température de plaque corresponde à la valeur minimale nécessaire pour gélatiniser l'amidon quelle que soit X_0 .

Les taux de gélatinisation pondérés calculés pour une température T_P donnée, toutes valeurs de X_0 confondues, sont présentés dans le tableau [6.4].

Tableau [6.4] : Valeur moyenne du taux de gélatinisation pondéré $f_{g\text{pond}}$ en fonction de la température de plaque T_P

T_P ($^\circ\text{C}$)	$f_{g\text{pond}}$ (%)
95	$40,2 \pm 1,8$
105	$48,7 \pm 5,9$
115	$60,6 \pm 7,1$
130	$69,6 \pm 3,0$

Une analyse par régression quadratique nous a permis d'établir les corrélations présentées dans le tableau [6.5] donnant le taux de gélatinisation pondéré en fonction de T_P pour deux teneurs initiales en eau :

Tableau [6.5] : Corrélations donnant le taux de gélatinisation pondéré $f_{g\text{pond}}$ (en %) en fonction de la température de plaque T_P en $^\circ\text{C}$.

X_0 (kg/kg (b.s.))	Corrélation	r
0,90	$f_g = - 498,8 + 8,89 T_P - 0,0350 T_P^2$	0,90
1,02	$f_g = - 459,8 + 8,10 T_P - 0,0318 T_P^2$	0,95

Ces corrélations sont valides pour T_P comprise entre 90 et 130°C .

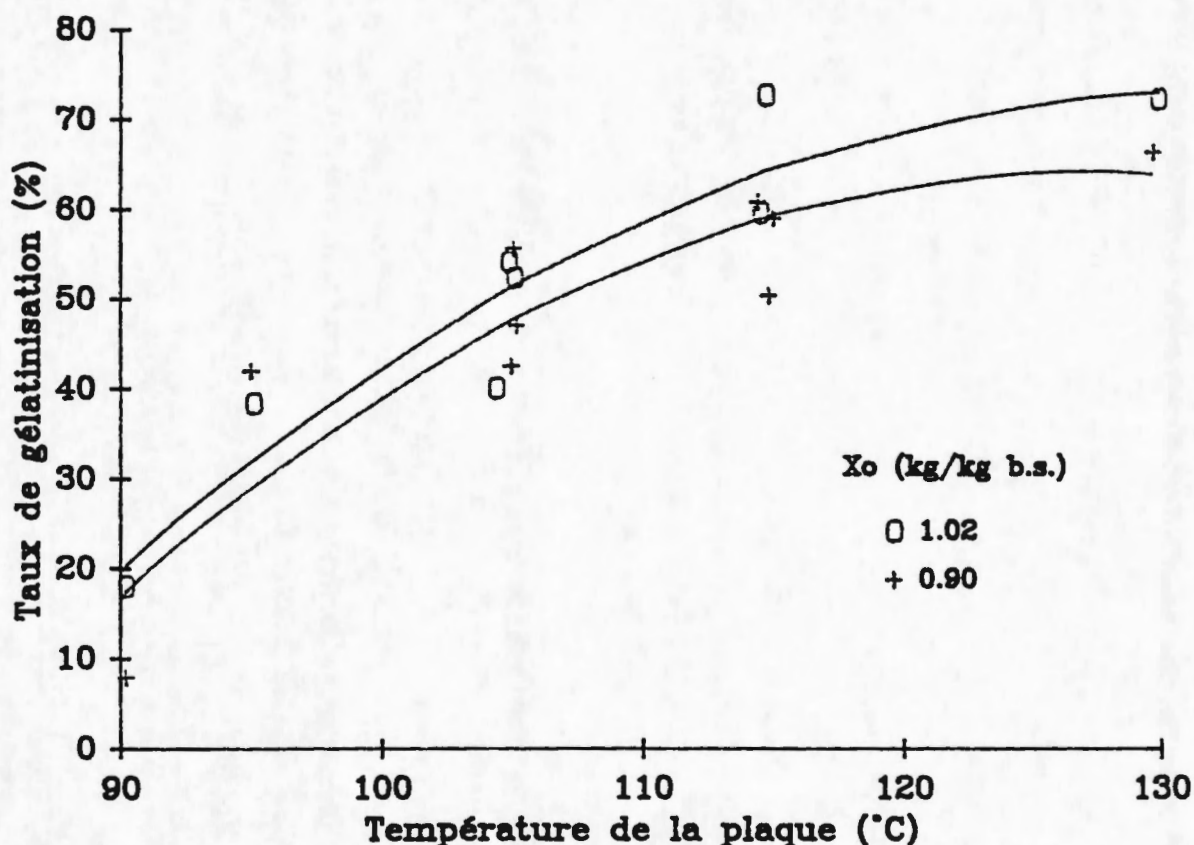


Figure < 6.19 > : Taux de gélatinisation final pondéré en fonction de la température de plaque à différentes humidités initiales.

Influence de la vitesse de rotation

L'augmentation de Z en phase initiale de séchage entraîne à la fois une réduction de la température de couche et une augmentation de la vitesse de séchage. Ces deux effets conjugués devraient conduire à observer des taux de gélatinisation plus faible pour $Z = 30$ t/mn que pour $Z = 14$ t/mn.

Ainsi que l'illustre le tableau [6.3], les résultats obtenus ne permettent pas de confirmer cette hypothèse. Les mauvaises conditions de mélange en début d'opération ainsi que la formation aléatoire d'agglomérats peuvent expliquer cette absence de variation.

6.1.3.3. Conclusions

Les résultats obtenus semblent indiquer que dans les domaines de teneur initiale en eau et de température de plaque explorés, domaine qui correspond aux conditions industrielles de fabrication du gari, le séchage a une faible influence sur le taux de gélatinisation final,

et que, par conséquent, la gélatinisation s'effectue de manière prioritaire au cours de l'opération de cuisson séchage.

Cette hypothèse est corroborée par les observations expérimentales suivantes :

- la gélatinisation se produit essentiellement pendant la phase initiale de séchage, période où les fluctuations de la vitesse de séchage sont les moins marquées.
- l'augmentation de la vitesse de rotation qui entraîne une amélioration notable de cette vitesse ne conduit pas à des taux de gélatinisation nettement plus faibles.

Il ressort finalement que pour $0,9 < X_0 < 1,1$ kg/kg (b.s.), le taux de gélatinisation final est fixé essentiellement par la température de plaque T_p et par les conditions de mélange durant la phase initiale de séchage. L'obtention d'un taux de gélatinisation > 40 % nécessite une température de plaque supérieure à 95 °C et une humidité initiale de la pulpe de manioc supérieure à $0,8$ kg/kg (b.s.) Les résultats présentés ici en matière de gélatinisation n'ont qu'une valeur qualitative au regard des difficultés expérimentales rencontrées et de la grande complexité d'interprétation des réactions physico-chimiques

Une analyse plus précise de ces phénomènes réclame à fortiori une étude expérimentale plus approfondie et l'établissement de protocoles plus fiables. Il reste néanmoins que la faible reproductibilité du phénomène de gélatinisation due principalement à l'hétérogénéité du produit et aux grandes variations des propriétés physiques sont des obstacles majeurs à surmonter.

6.2. MODELISATION ET COMPARAISON AVEC LES RESULTATS EXPERIMENTAUX

6.2.1. Hypothèses et Principe de la modélisation

Les résultats expérimentaux, courbes cinétique de séchage et courbes d'évolution de la température de couche, ont été comparés aux prédictions du modèle de séchage par contact. Outre les hypothèses fondamentales du modèle déjà énoncées, les hypothèses supplémentaires suivantes ont été faites :

- le milieu est une couche granulaire monodispersée constituée de particules sphériques de diamètre moyen $700 \mu\text{m}$,
- les variations dimensionnelles des particules, notamment le retrait dû au séchage sont négligées.

La modélisation a été effectuée en admettant deux phases distinctes dans l'évolution du produit :

- une première phase, où le produit ne contient que de l'eau libre ($X > 0,4 \text{ kg/kg (b.s.)}$),
- une deuxième phase où l'ensemble de la couche a un comportement purement hygroscopique ($X_{\text{equ}} < X < 0,4 \text{ kg/kg (b.s.)}$)

La conduction dans la couche stationnaire de particules se formant au contact de la plaque a été prise en compte par l'addition d'une résistance de transfert supplémentaire ; cette résistance a été ajoutée en série à la résistance de contact, de sorte que la nouvelle résistance de contact $1/h_{\text{pc}}^*$ peut s'écrire :

$$\frac{1}{h_{\text{pc}}^*} = \frac{1}{h_{\text{pc}}} + \frac{\delta_c}{\lambda_c} \quad (6-2)$$

où h_{pc} est la résistance de contact définie par l'équation (5-1)
 δ_c est l'épaisseur de la couche stationnaire de particules
 λ_c est la conductivité thermique de cette couche

Pour tenir compte de la réduction de la surface de contact occasionnée par le déplacement du produit vers la périphérie du mélangeur sous l'effet de l'agitation, la valeur de la surface de plaque utilisée pour les calculs représente 60 % de la surface totale de la plaque. Cette fraction a été estimée par mesure de la surface de la plaque ne contenant pas de particules lorsque le système d'agitation fonctionne.

6.2.2. Résultats et discussion

Le recalage des courbes théoriques sur les courbes expérimentales a été réalisé à l'aide des deux paramètres δ_c et N_{mix} . Les valeurs obtenues pour le coefficient δ_c sont données dans le tableau [6.6]. La valeur de λ_c a été prise égale à $0,1 \text{ W/mK}$; elle correspond à la conductivité thermique d'une couche de pulpe de manioc sèche (cf chapitre /4.3./). Notons que la diminution de δ_c lorsque Z augmente est en accord avec les travaux de TOEI et al. (1984).

Tableau [6.6] : Valeurs du paramètre d'ajustement δ_c en fonction de la vitesse de rotation de l'agitateur.

Z (t/mn)	δ_c (mm)
14	0,8
30	0,6

En ce qui concerne le paramètre N_{mix} , il est naturellement influencé par les conditions de mélange et donc par la teneur initiale en eau du produit, mais également par la température de plaque, puisqu'aux fortes températures la gélatinisation de l'amidon est plus rapide, ce qui accentue le caractère collant de la pulpe de manioc. Globalement, le nombre N_{mix} peut être considéré comme une fonction des trois paramètres Z , X_0 , et T_P . Le peu de données expérimentales ne nous a pas permis d'établir de corrélation fiable pour N_{mix} , néanmoins le tableau [6.7] rassemble les valeurs de ce paramètre pour les différents essais de modélisation réalisés. On constate que la valeur de N_{mix} varie faiblement dans le domaine étudié puisqu'il passe de 4 dans le cas de bonnes conditions de mélange (faibles valeurs de X_0 et T_P) à 12 dans les conditions d'agitation les plus difficiles (Z faible, fortes valeurs de X_0 et T_P).

Tableau [6.7] : Valeurs du nombre N_{mix} pour différentes conditions d'humidité initiale, de température de plaque et de vitesse de rotation de l'agitateur.

Vitesse de rotation	Teneur initiale en eau	Température de plaque	N_{mix}
Z (t/mn)	X_0 (kg/kg (b.s.))	T_P (°C)	
14	0,80	115	8
14	0,90	105	6
14	0,90	115	10
14	0,90	130	12
14	0,93	90	4
14	0,93	105	8
14	0,93	115	12
14	1,02	90	8
14	1,02	105	10
14	1,02	115	10
14	1,03	130	10
30	0,85	115	8
30	0,87	95	6
30	0,89	105	6
30	0,90	115	6
30	1,02	70	8
30	1,03	95	10
30	1,03	105	10
30	1,03	115	10

Les figures < 6.20 > à < 6.29 > illustrent la comparaison entre théorie et expérience pour les courbes cinétiques de séchage et pour l'évolution de la température moyenne de la couche, les valeurs de X_0 étant comprises entre 0,90 et 1,02 kg/kg (b.s.), la température de plaque T_P variant de 70 à 130 °C.

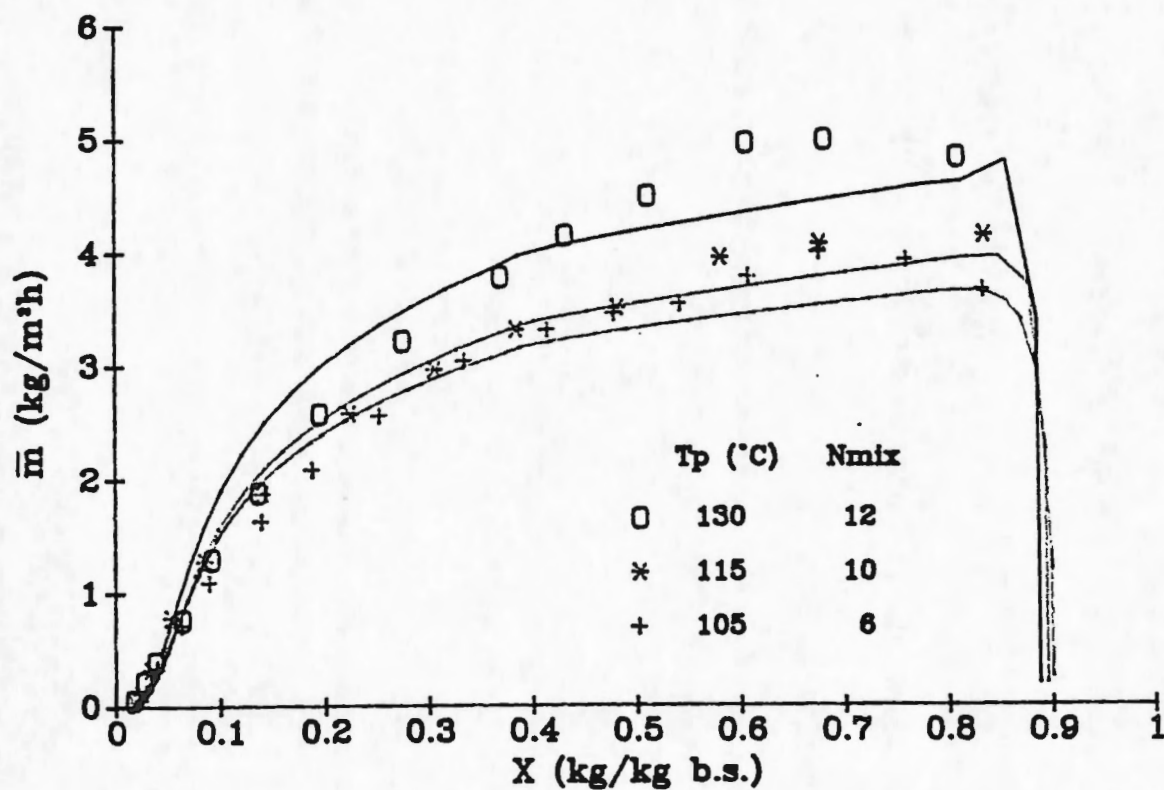


Figure < 6.20 > : Comparaison entre théorie et expérience - Cinétiques de séchage de la pulpe de manioc.- $X_0 = 0,9$ kg/kg (b.s.)- $Z = 14$ t/mn.

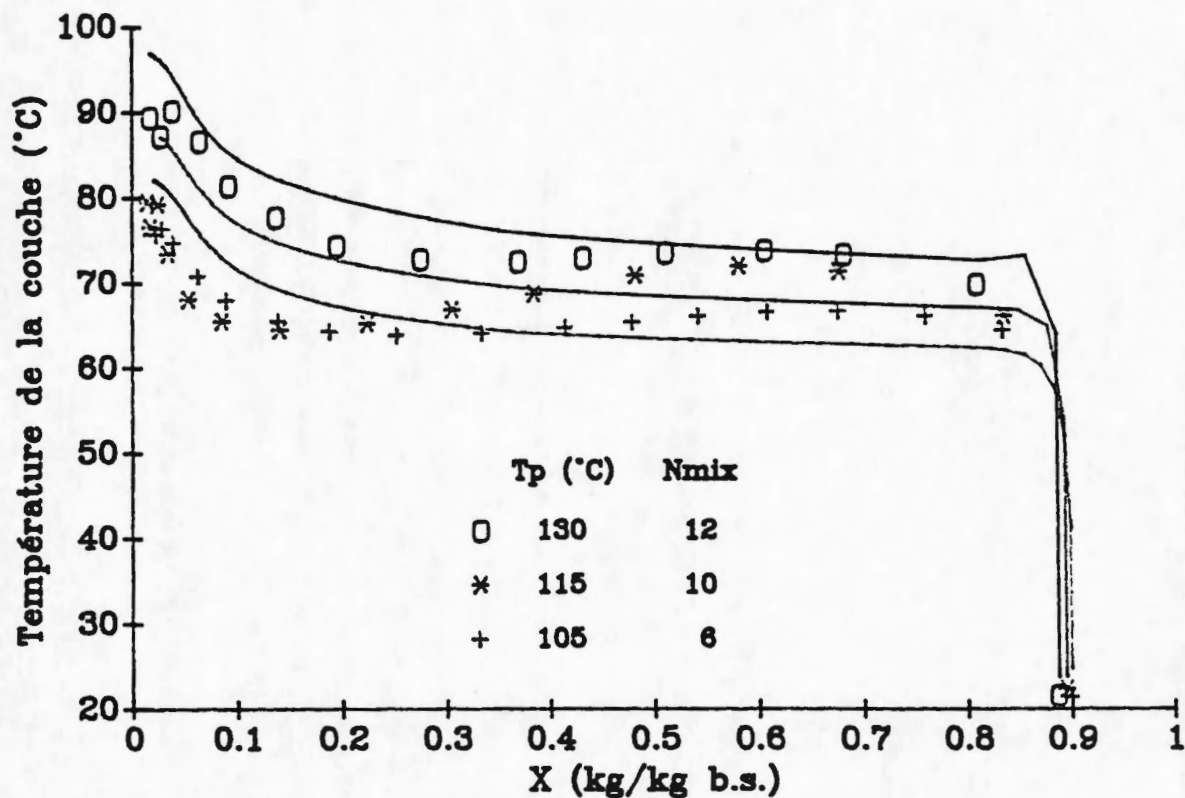


Figure < 6.21 > : Comparaison entre théorie et expérience - courbes d'évolution de la température de la couche en fonction de la teneur en eau correspondant aux cinétiques de séchage présentées à la fig. < 6.20 >.

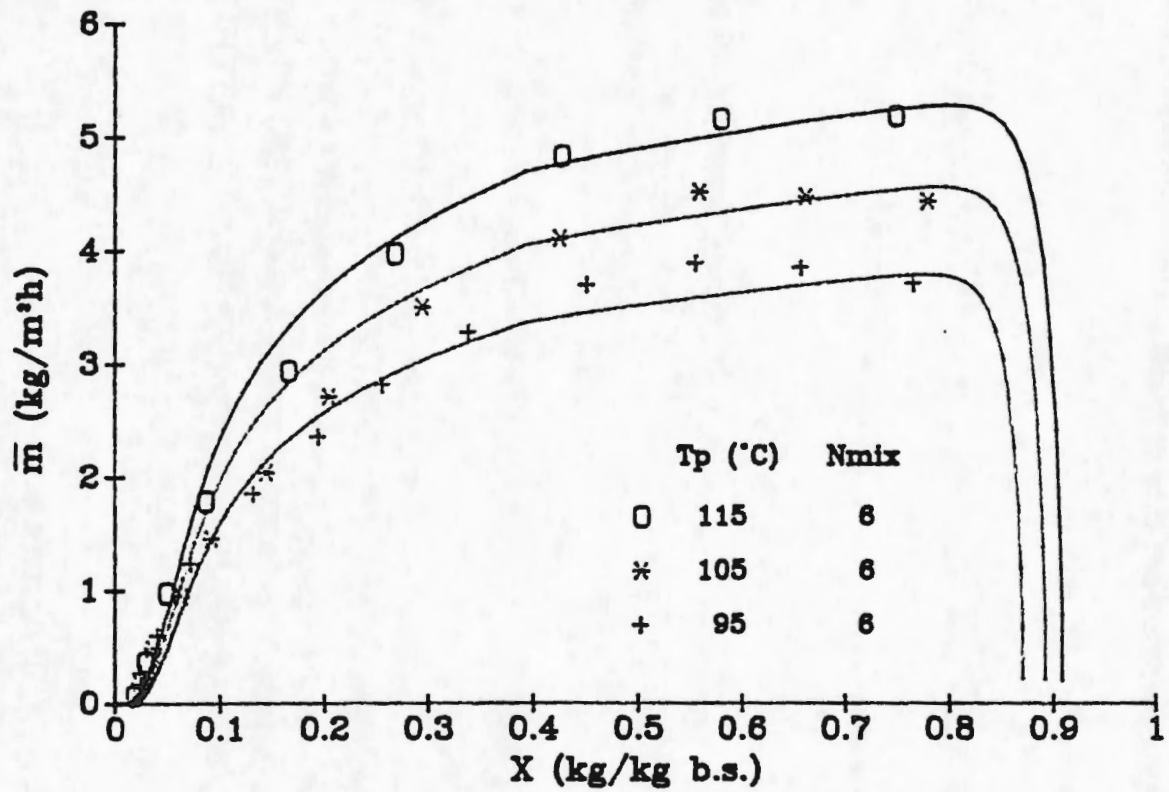


Figure < 6.22 > : Comparaison entre théorie et expérience - Cinétiques de séchage de la pulpe de manioc.- $X_0 = 0,9$ kg/kg (b.s.)- $Z = 30$ t/mn.

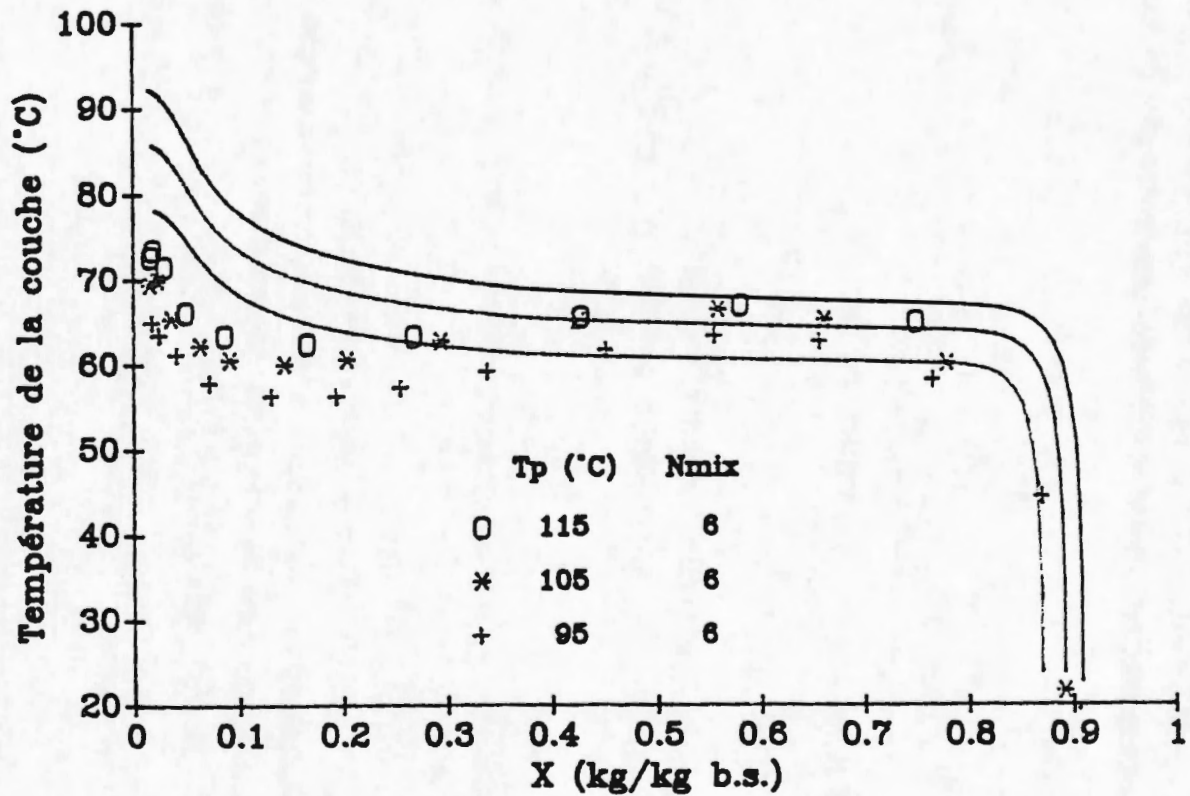


Figure < 6.23 > : Comparaison entre théorie et expérience - courbes d'évolution de la température de la couche en fonction de la teneur en eau correspondant aux cinétiques de séchage présentées à la fig. < 6.22 >.

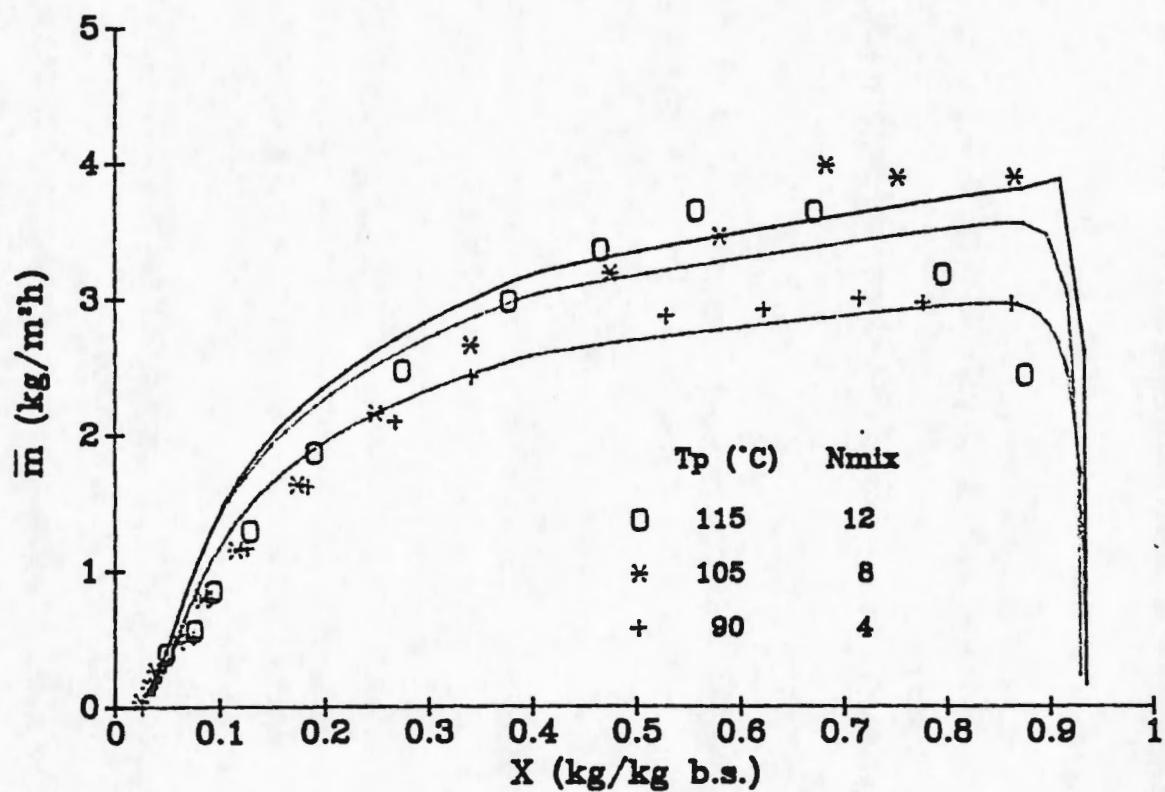


Figure < 6.24 > : Comparaison entre théorie et expérience - Cinétiques de séchage de la pulpe de manioc.- $X_0 = 0,93$ kg/kg (b.s.)- $Z = 14$ t/mn.

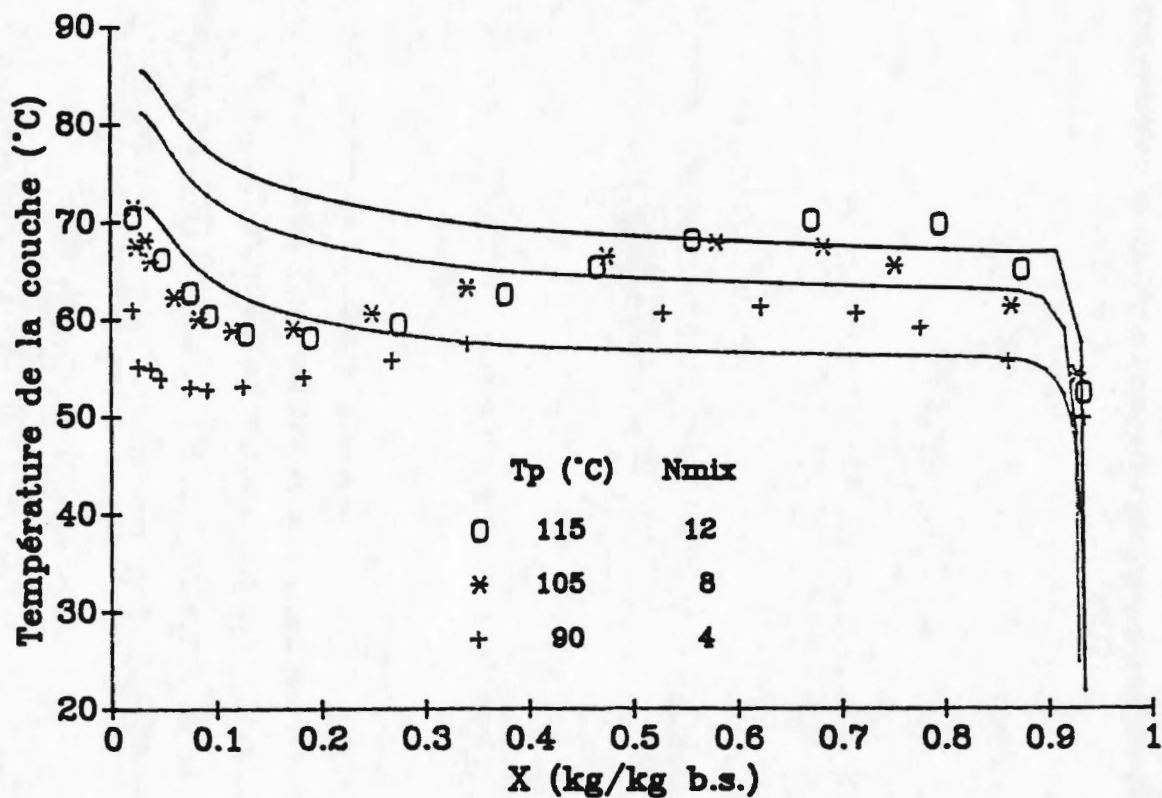


Figure < 6.25 > : Comparaison entre théorie et expérience - courbes d'évolution de la température de la couche en fonction de la teneur en eau correspondant aux cinétiques de séchage présentées à la fig. < 6.24 >.

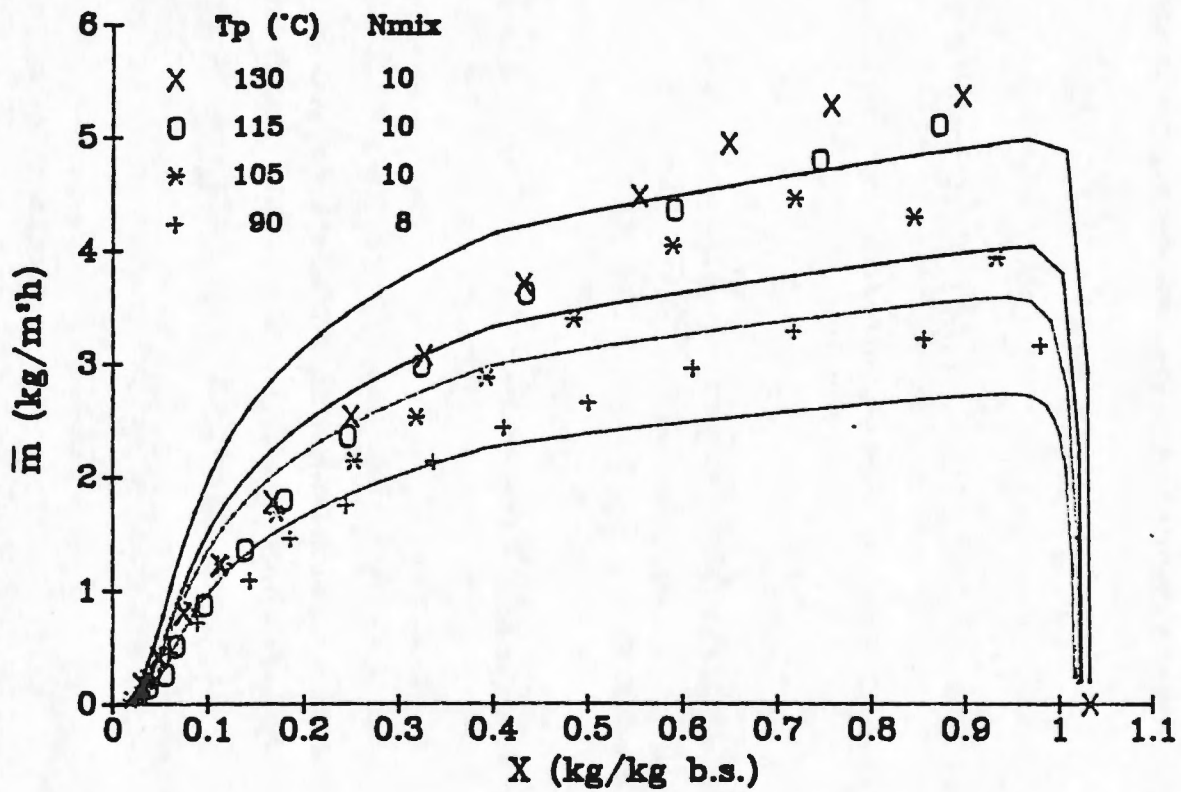


Figure < 6.26 > : Comparaison entre théorie et expérience - Cinétiques de séchage de la pulpe de manioc.- $X_0 = 1,02$ kg/kg (b.s.)- $Z = 14$ t/mn.

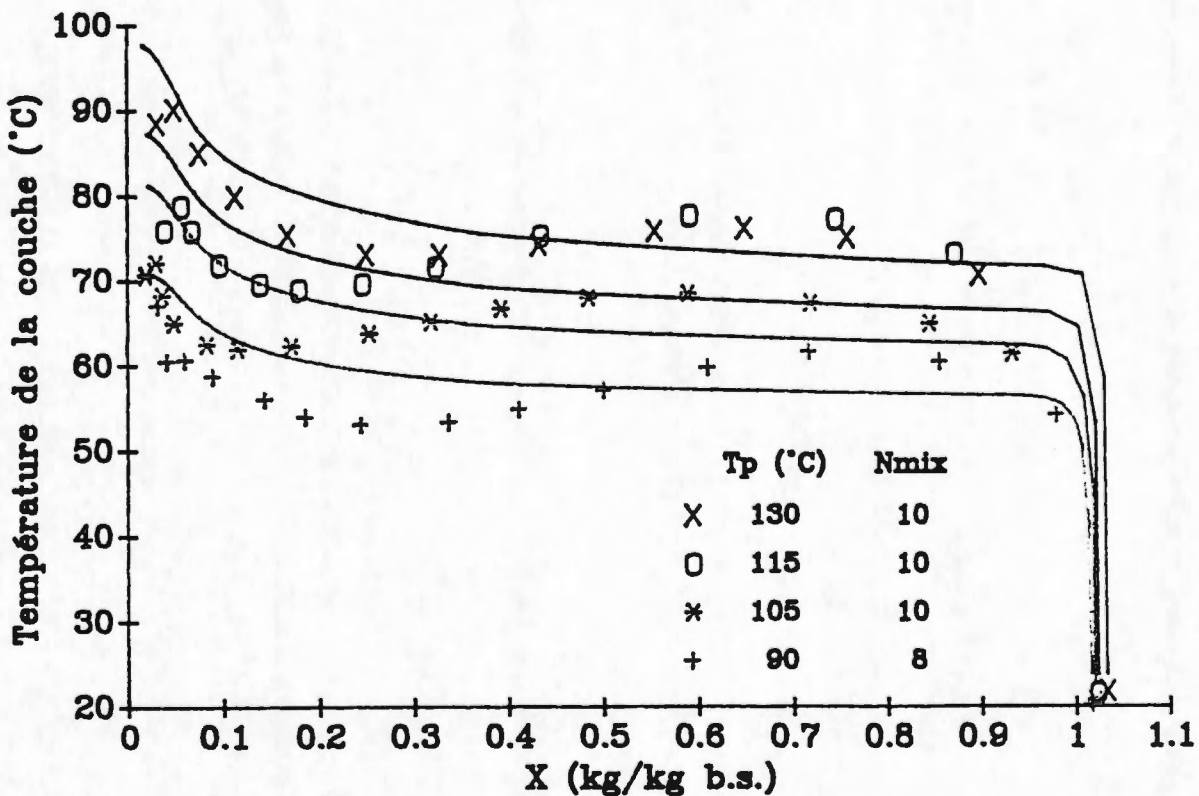


Figure < 6.27 > : Comparaison entre théorie et expérience - courbes d'évolution de la température de la couche en fonction de la teneur en eau correspondant aux cinétiques de séchage présentées à la fig. < 6.26 >.

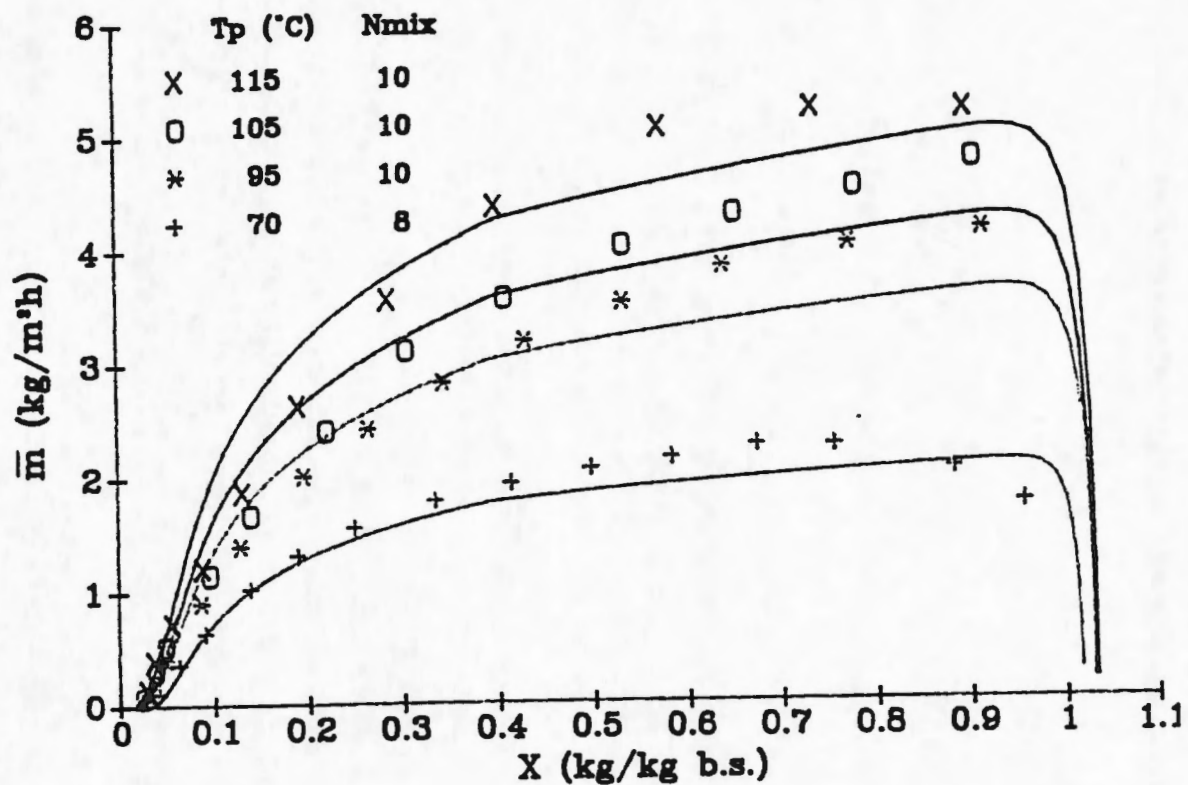


Figure < 6.28 > : Comparaison entre théorie et expérience - Cinétiques de séchage de la pulpe de manioc.- $X_0 = 1,02$ kg/kg (b.s.)- $Z = 30$ t/mn.

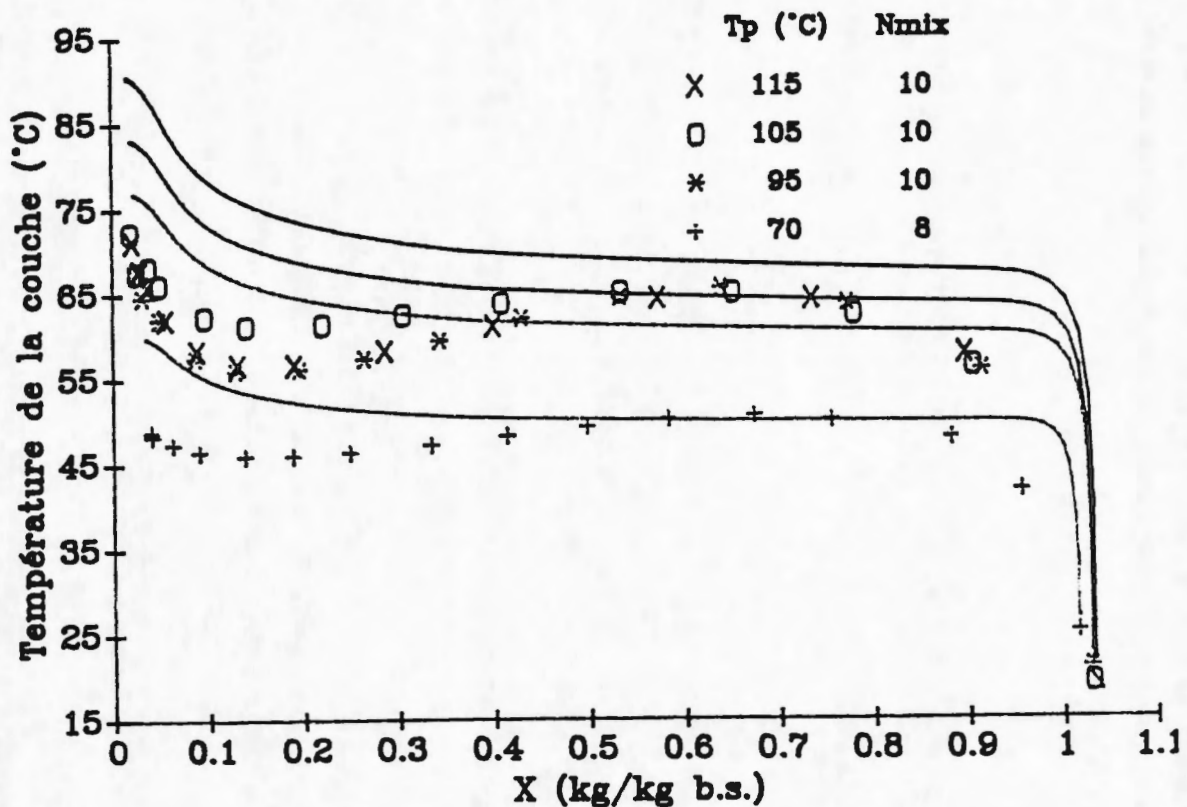


Figure < 6.29 > : Comparaison entre théorie et expérience - courbes d'évolution de la température de la couche en fonction de la teneur en eau correspondant aux cinétiques de séchage présentées à la fig. < 6.28 >.

Pour les cinétiques de séchage, on observe globalement une concordance satisfaisante entre les prédictions du modèle et les résultats expérimentaux, compte tenu des hypothèses simplificatrices retenues. L'écart entre courbes théoriques et expérimentales est évidemment plus important en phase initiale, puisque le comportement du produit dévie fortement de celui d'un milieu granulaire s'écoulant librement. Pour $X < 0,4 \text{ kg/kg}$ la déviation devient très faible ce qui indique une meilleure adéquation du modèle dans le domaine hygroscopique.

Les écarts les plus notables apparaissent pour des températures de plaque supérieures à 115°C et pour des teneurs initiales en eau de l'ordre de $1,02 \text{ kg/kg}$ (b.s.) Ceci peut s'expliquer par la formation aléatoire de gros agglomérats de pulpe de forme très irrégulière aux fortes valeurs de X_0 et T_P , formation qui entraîne une réduction de la vitesse de séchage dans le domaine de teneurs en eau allant de $0,6$ à $0,2 \text{ kg/kg}$ (b.s.).

Un écart plus significatif apparaît pour les courbes d'évolution de la température moyenne de la couche, cette dernière semblant surestimée par le modèle pour $X < 0,4 \text{ kg/kg}$ (b.s.) Cette erreur n'est pas à imputer entièrement au modèle, étant donné le manque de précision des mesures expérimentales de la température moyenne T_B . En effet, la faible épaisseur de la couche de produit, son hétérogénéité, son caractère granulaire et l'agitation mécanique du milieu sont autant de facteurs qui rendent la mesure de cette température de la couche extrêmement difficile et imprécise.

6.2.3. Conclusions

Les essais de modélisation réalisés à l'aide du modèle de séchage par contact décrit au chapitre 5 ont montré que ce modèle donnait des résultats en bon accord avec les mesures expérimentales réalisées, si l'on tient compte d'une part des hypothèses simplificatrices effectuées, et, d'autre part, du caractère aléatoire des conditions de mélange d'un produit soumis à de fortes variations de ses propriétés rhéologiques en cours d'opération. La validité du modèle a été établie pour des teneurs initiales en eau n'excédant pas $1,02 \text{ kg/kg}$ et pour des températures de plaque inférieures à 115°C . Comme cela était prévisible le paramètre d'ajustement N_{mix} paraît être une fonction de tous les facteurs affectant les conditions de mélange et notamment, outre la vitesse de rotation de l'agitateur Z , de l'humidité initiale de la pulpe X_0 et de la température de plaque T_P .

Il ressort finalement que ce modèle permet de déterminer avec une précision suffisante les cinétiques de séchage ainsi que l'allure des courbes de température de la couche; il fournit donc des indications quantitatives précieuses pour le dimensionnement d'appareils industriels.

CONCLUSIONS

Les travaux présentés dans ce mémoire ont pour finalité une meilleure compréhension des phénomènes de transfert de chaleur et de matière mis en jeu au cours de l'opération de cuisson-séchage de la pulpe de manioc, intervenant comme étape finale dans la fabrication du gari.

La quasi-absence d'études antérieures à la fois sur le procédé et sur le produit nous a conduit à analyser cette opération unitaire en terme de première approche, en réalisant une étude préliminaire de chacun des deux phénomènes physico-chimiques rencontrés, à savoir la gélatinisation de l'amidon et le séchage par contact en lit agité de la pulpe de manioc.

L'originalité de ce travail de recherche réside dans la tentative d'analyse d'un procédé agro-alimentaire fort complexe et qui, auparavant, n'avait fait l'objet d'aucune étude pour ce qui concerne ses aspects physiques (transferts de masse et de chaleur).

Nous avons déterminé expérimentalement les principales propriétés intrinsèques de la pulpe de manioc et du gari; il s'agit de manière plus précise :

- *des propriétés physiques* : diamètre des particules, répartition granulométrique, masses volumiques réelle et apparente, porosité de la particule et de la couche,
- *des propriétés thermophysiques* : chaleur massique en fonction de la température et conductivité thermique à différentes hydratations. Un modèle théorique nous a permis d'estimer la conductivité thermique effective d'une couche de pulpe de manioc,
- *des propriétés thermodynamiques* : isothermes de désorption et enthalpies de désorption de la pulpe de manioc.

Par ailleurs, l'étude expérimentale par Analyse Enthalpique Différentielle de la gélatinisation de la pulpe de manioc, comprenant la mesure des enthalpies de transition et de l'évolution du taux de gélatinisation au cours de la chauffe à différentes hydratations. L'aspect cinétique du phénomène a été abordé brièvement par la détermination de 2 cinétiques expérimentales à une température de 70°C et par le calcul des ordres et constantes de réaction ainsi que de l'énergie d'activation apparente dans l'hypothèse de l'applicabilité de la loi d'Arrhénius,

Ensuite, les essais de cuisson-séchage de la pulpe de manioc ont montré que le comportement du produit avait une influence capitale sur les phénomènes de gélatinisation et de séchage. Il a été observé qu'un changement de structure rhéologique s'opérait en cours d'opération, le produit pouvant être assimilé à une pâte collante jusqu'à une teneur en eau de l'ordre de 0,6 kg/kg (b.s.), tandis que l'on a affaire à un milieu granulaire dispersé pour une humidité inférieure à cette limite. Les paramètres de cuisson-séchage retenus, c'est à dire la température de la plaque, la teneur en eau initiale et la vitesse de rotation de l'agitateur semblent tous avoir une influence significative sur la vitesse de séchage, tandis que le taux de gélatinisation ne paraît être fortement affecté que par la température de la plaque chauffante.

L'étude à la fois fondamentale et expérimentale du séchage par contact de milieux granulaires agités en atmosphère normale, a démontré que le modèle mathématique proposé originellement par TSOTSAS et SCHLÜNDER pouvait être appliqué à la modélisation du séchage de produits minéraux hygroscopiques (billes d'alumine activée) grâce à une légère modification de certaines équations. La validité de ce modèle a été étendue au séchage de la pulpe de manioc en effectuant quelques hypothèses simplificatrices et en introduisant une résistance au transfert de chaleur supplémentaire. Ce modèle présente l'avantage de prédire à la fois la vitesse de séchage et la température du produit, température qui se révèle essentielle pour l'explication des phénomènes biochimiques ou physicochimiques se produisant au cours du séchage, comme par exemple la gélatinisation.

Par ailleurs, son utilisation est simple puisqu'elle ne requiert la connaissance que des propriétés intrinsèques et thermodynamiques du produit et qu'il ne possède que deux paramètres d'ajustement qui sont l'épaisseur δ_c de la couche stationnaire de particules se formant au contact de la plaque et le nombre empirique N_{mix} caractérisant la qualité du mélange. Dans le cas de la pulpe de manioc, N_{mix} paraît être une fonction des grandeurs influençant le comportement rhéologique du produit (température de la plaque, teneur en eau initiale et vitesse de rotation de l'agitateur), alors qu'il est seulement dépendant de la vitesse de rotation Z dans le cas d'un produit s'écoulant librement (billes d'alumine activée).

Au niveau industriel, les objectifs à atteindre sont de deux ordres :

- maximiser le taux de gélatinisation final du gari afin de lui conférer la meilleure digestibilité possible,
- minimiser le temps de séchage pour améliorer le rendement de l'opération.

A la lumière des résultats présentés ici, il apparaît que toute action sur le taux de gélatinisation doit être effectuée durant les cinq premières minutes de l'opération, ce taux n'évoluant que très faiblement par la suite. Dans le sens d'une augmentation du taux de gélatinisation final, on peut noter la diminution de la vitesse de séchage et l'augmentation

de la température du produit qui peuvent être obtenues en diminuant la vitesse de rotation de l'agitateur et/ou en plaçant un système de couvercle au-dessus de la couche permettant de saturer l'air dans la couche limite, grâce à la vapeur d'eau émise. Ce principe est utilisé fréquemment par exemple dans la cuisson du couscous de blé dur. Par ailleurs, une augmentation de la température de plaque permet un accroissement appréciable du taux de gélatinisation.

L'accélération du processus de séchage sera elle réalisé en augmentant la vitesse de rotation de l'agitateur et/ou la température de la plaque.

Néanmoins, la validité de ces suggestions sera soumise à une vérification expérimentale à l'aide d'un pilote de taille semi-industrielle.

Finalement, les améliorations du rendement de ce procédé qui pourraient résulter de cette étude ne doivent pas faire oublier que le problème essentiel dans le cas du traitement d'un produit alimentaire réside dans son acceptabilité par le consommateur, et par conséquent de ses qualités organoleptiques et nutritionnelles.

Ainsi, des questions telles que :

- quelle est la limite inférieure de gélatinisation assurant la digestibilité et l'acceptabilité du gari ?
- quelle est la répartition granulométrique à rechercher pour le produit fini ?

devront impérativement trouver une réponse.

Enfin, ils serait prétentieux d'estimer avoir effectué une étude exhaustive du sujet, notamment sur le plan du comportement rhéologique de la pulpe de manioc dans le mélangeur et des implications de ce comportement au niveau de la qualité du mélange; par ailleurs la détermination précise des cinétiques de gélatinisation de l'amidon semble nécessiter la définition de protocoles expérimentaux rigoureux et reproductibles, tenant compte des difficultés évoquées dans ce mémoire.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] AGUERRE R.J., SUAREZ C., VIOLLAZ P.E, *Swelling and pore structure in starchy materials*, J. of Food Engineering, 1989, Vol. 9, p. 71-80
- [2] ARGO W.B., SMITH J.M., *Heat transfer in packed beds*, Chem. Eng. Prog., 1953, Vol. 49, p. 443-451
- [3] AZIZI S., *Conductivité thermique des matériaux poreux humides : mesure par la méthode flash et interprétation*, Thèse Doct. Ing., Institut National Polytechnique de Lorraine, Nancy, 1988, 253 p.
- [4] BAUER R., SCHLÜNDER E.U., *Die effektive radiale Wärmeleitfähigkeit gasdurchströmter Schüttungen*, vt "Verfahrenstechnik", 1977, Vol. 11, N° 10, p. 605-614
- [5] BILIADERIS C.G., MAURICE T.J., VOSE J.R., *Starch gelatinization phenomena studied by differential scanning calorimetry*, J. of food science, 1980, Vol. 45, p. 1669-1674
- [6] BIRD R.B., STEWART W.E., LIGHTFOOT E.N., *Transport phenomena*, New-York : John Wiley and sons, 1960, p.522-526
- [7] BLACKWELL J.H., *A transient flow method of determination of thermal constants of insulating materials in bulk*, J. Appl., Phys., 1954, Vol. 25, N° 2, p.137-144
- [8] BORIES S., BACON G., MONFERRAND D., *Influence de la teneur en eau et de la température sur la conductivité thermique des milieux poreux non saturés*, 7ème symposium de l'A.I.R.H., "Transfert de chaleur et de masse en milieux poreux", Toulouse, 26-28 août 1980, 15 p.
- [9] BOTTERILL J.S.M., BUTT M.H.D., CAIN G.L., CHANDRASEKHAR R., WILLIAMS J.R., *Enhanced heat transfer by the control of particle circulation past heat transfer surfaces in gas-fluidized beds*, Proc. Int. Symp. Fluidization, Eindhoven, 1967, p.458-467
- [10] BRUN M., CLAUDY P., *Microcalorimétrie*, Tech. de l'Ingénieur, 1983, Vol. 10, P 1200, p.1-22
- [11] CHEFTEL J.C., CHEFTEL H., BESANCON P., *Introduction à la biochimie et à la technologie des aliments*, Paris : Lavoisier, 1978, "l'eau", p. 1-31
- [12] CHIANG Y., JOHNSON J.A., *Measurement of total and gelatinized starch by glucoamylase and O-Toluidine reagent*, Cereal. Chem., 1977, Vol. 54, N° 3, p.429-435
- [13] CHUZEL G., ZAKHIA N., *Adsorption isotherms of gari in relation to its estimated shelf-life*, Intern. J. Food Technol., à paraître

- [14] DE VRIES D.A., *Simultaneous transfer of heat and moisture in porous media*, Trans. Amer. Geoph. Union, 1958, Vol. 38, N° 2, p.222-232
- [15] DEGIOVANNI A., *Diffusivité et méthode flash*, Rev. Gen. Therm. Fr., 1977, Vol. 185, p. 420-441
- [16] DIDIER S., *Conception d'un cuiseur-sécheur de pulpe de manioc*, mémoire d'ingénieur de l'Institut des Sciences de l'Ingénieur de Montpellier, Université des Sciences et Techniques du Languedoc, 1987, 81 p.
- [17] DONOVAN J.W., *Phase transitions of the starch-water system*, Biopolymers, 1979, 18, p. 263-275
- [18] DUPRAT F., GALLANT D., GUILBOT A. MERCIER C. et ROBIN J.P., *Les polymères végétaux*, ed. Monties B., Paris : Gauthier Villars, 1980, "l'amidon", p. 176-231
- [19] ERNST R., *Wärmeübertragung an Wärmeaustauschern im Moving Bed*, Chem. Ing. Techn., 1960, Vol. 32, p. 17-22
- [20] FAVIER J.C., *Valeur alimentaire de deux aliments de base africains : le manioc et le sorgho*, Travaux et documents de l'O.R.S.T.O.M., N° 67, 1977, 52 p.
- [21] FLORY P.J., *Principles of polymer chemistry*, 10^{ème} ed., Cornell Univ. Press, 1978
- [22] FREEMANN M.E, *Heat capacity and bound water in starch suspensions*, Archives of Biochemistry, 1943, Vol. 1, p. 27-39
- [23] GONNET E., *Détermination de la diffusivité thermique des produits alimentaires par la méthode impulsioneille, Application aux produits pastiers*, Thèse Doct. Ing., Université des Sciences et Techniques du Languedoc, Montpellier, 1987, 242 p.
- [24] GRIFFON D., *Contribution à l'étude des alternatives technologiques de saccharification enzymatique des substrats amylacés tropicaux*, Thèse Doct. Ing., Institut National Polytechnique de Lorraine, Nancy, 1985, 236 p.
- [25] GÜNES S., *Kontakttrocknung von grobkörnigen mechanisch durchmischten Schüttungen im Vakuum*, Thèse, Université de Karlsruhe, 1979, 167 p.
- [26] GÜNES S., SCHLÜNDER E.U., GNIELINSKI V., *Kontakttrocknung von grobkörnigem Granulat im Vakuum*, vt "Verfahrenstechnik", 1980, Vol. 14, N° 1, p. 31-39
- [27] GÜNES S., SCHLÜNDER E.U., *Über den Einfluss der mechanischen Durchmischung auf die Trocknungsgeschwindigkeit bei der Kontakttrocknung von grobkörnigem Granulat*, vt "Verfahrenstechnik", 1980, Vol. 14, N° 6, p. 387-391
- [28] HAINE V., *Accessibilité de l'amidon granulaire aux solutés de faible masse moléculaire*, Thèse Doct. Ing., Université de Nantes, 1986, 152 p.
- [29] HERMANS P.M., *Contribution à l'étude physique de fibres cellulosiques*, Bibliographie des Industries Papetières, Paris : Dunod, 1952, 123 p.
- [30] HIGBIE R., Trans. Am. Inst. Chem. Eng., 1935, Vol. 31, p. 365-378

- [31] IGLESIAS H.A., CHIRIFE J., *B.E.T. Monolayer values in dehydrated foods and food components*, Lebensmittel, Wissenschaft und Technologie, 1976b, Vol. 9, p. 107-113
- [32] IGLESIAS H.A., CHIRIFE J., *Isosteric heats of water vapor sorption in dehydrated foods, Part II, Hysteresis and heat of sorption, comparison with B.E.T theory*, Lebensmittel, Wissenschaft und Technologie, 1976a, Vol. 9, p. 123-127
- [33] KAINUMA K., MATSUNAGA F., ITAGAWA M., KOBAYASMI S., *New enzyme system beta-amylase-pullulanase to determine the degree of gelatinization and retrogradation of starch and starch products*, J. Jap. Soc. Starch Sc., 1981, Vol. 28, N° 4, p. 235-240
- [34] KAREL M., *Properties of water in foods*, eds. Simatos D. et Multon J.L., Dordrecht : Martin Nijhoff Publishers, 1985, "Effects of water activity and water content on mobility of food components, and their effects on phase transitions in food systems"
- [35] KESSLER H.G., *Die Kontakttrocknung rieselfähiger Güter bei Normaldruck und bei Vakuum*, Chemie Ing. Techn., 1969, Vol. 41, N° 7, p. 463-472
- [36] KRISCHER O., KRÖLL K., *Technique du séchage*, 2^{ème} ed., Berlin : Springer Verlag, 1963, 699 p.
- [37] LANGMUIR I., *The constitution and fundamentals properties of solids and liquids*, J. of American Chem. Soc., 1916, Vol. 38, p. 2221-2237
- [38] LEACH H., SCHOCH T., *Structure of the starch granule : action of various amylase on granular starches*, Cereal Chemistry, 1961, Vol. 31, p. 34-42
- [39] LUND D.B., WIRAKARTAKUSUMAH M., *Engineering and food, vol 1, Engineering science in the food industry*, eds B.M. Mac Kenna, Amsterdam : Elsevier publishers, 1984, "a model for starch gelatinization phenomena", p. 425-432
- [40] MAHER G.G., *Alkali gelatinization of starches*, Starch, 1983, Vol. 35, N° 7, p. 226-234
- [41] MALHOTRA K., MUJUMDAR A.S., OKAZAKI M., *Particle flow-patterns in a mechanically stirred two-dimensional cylindrical vessel*, Proc. of the 6th Intern. Sympos., Versailles, 1988, OP 23-29
- [42] MATTEA M., URBICAIN M.J., ROTSTEIN E., *Prediction of thermal conductivity of vegetable foods by the effective medium theory*, J. Food Sci., 1986, Vol. 51, p. 113-115
- [43] MAURICE T.J., SLADE L., SIRETT R.R., PAGE C.M., *Properties of water in foods*, eds Simatos D. et Multon J.L., Dordrecht : Martinus Nijhoff Publishers, 1985, "Polysaccharide - water interactions - thermal behavior of rice starch", p. 211-227
- [44] MAXWELL J.C., *A treatise on electricity and magnetism*, 3^{ème} ed., vol 1, Oxford : the clarenton press, 1904
- [45] MERCIER C., *L'amidon et les enzymes en sucrochimie*, Industries alimentaires et agricoles, 1982, Vol. 99, N° 10, p.787-796

- [46] MESTRES C., *Gélfication d'amidon de maïs modifiés thermiquement - Application à la fabrication de pâtes alimentaires sans gluten*, Thèse Doct. Ing., Université de Nantes, 1986, 152 p.
- [47] MOLLEKOPF N., MARTIN H., *Zur Theorie des Wärmeübergangs an bewegte Kugelschüttungen bei kurzfristigem Kontakt*, vt "Verfahrenstechnik", 1982, Vol. 16, N° 9, p. 701-706
- [48] MOLLEKOPF N., *Wärmeübertragung an mechanisch durchmischtes Schüttgut mit Wärmesenken in Kontaktapparaten*, Thèse, Université de Karlsruhe, R.F.A., 1983, 108 p.
- [49] MOYNE C., *Transferts couplé chaleur-masse lors du séchage : prise en compte du mouvement de la phase gazeuse*, Thèse Doct. état, Institut National Polytechnique de Lorraine, 1987, 293 p.
- [50] MUCHNIK J., VINCK D., *La transformation du manioc, technologies autochtones*, Agence de Coopération Culturelle, Paris : Presses Universitaires de France, 1984, 154 p.
- [51] NARA S., *Study on the heat of wetting of starch*, Die Stärke, 1979, Vol. 31, N° 4, p. 105-108
- [52] ORFORD P.D., PARKER R., RING S.G., SMITH A.C., *Effect of water as a diluent on the glass transition behaviour of malto-oligosaccharides, amylose and amylopectins*, Int. J. Biol. Macromol., 1989, Vol. 11, N° 4, p. 91-96
- [53] PERRY R.H., *Perry's Chemical Engineers' Handbook*, 6^{ème} ed., eds R.H. Perry, D.W. Green et J.O. Maloney, New-york : Mac-Graw Hill, 1984
- [54] ROBIN J.P., *Comportement du grain d'amidon à l'hydrolyse acide ménagée - Etude physico-chimique et enzymatique de la fraction insoluble - Contribution à la connaissance de l'amylopectine*, Thèse Doct. état, Université Paris VI, 1976, 296 p.
- [55] ROTH D.D, TSAO G.T., LANCASTER E.B., *Thermal conductivity of starch granules*, Die Stärke, 1970, Vol. 22, p. 40-44
- [56] SAIR L., *Heat moisture treatment of starch*, Cereal Chem., 1967, Vol. 40, p.8-26
- [57] SARACAVOS G., DROUZAS A., MAROUSIS S., KOSTAROPOULOS A., *Effective thermal and moisture diffusivities of granular starches*, Proceedings of the 6th Intern. Drying Symposium, Versailles, France, 1988, OP 379-384
- [58] SCHERER R., *Die Ermittlung thermophysikalischer Eigenschaften von Körnerfrüchten, dargestellt am Beispiel von Maïs, und die Bedeutung dieser Größen für die thermische Konservierung und Lagerung*, Thèse, Université de Stuttgart, R.F.A., 1979
- [59] SCHLÜNDER E.U., *Der Wärmeübergang an ruhende, bewegte und durchwirbelte Schüttschichten*, vt "Verfahrenstechnik", 1980, Vol. 14, N° 7/8, p. 459-468
- [60] SCHLÜNDER E.U., *Heat transfer to packed and stirred beds from the surface of immersed bodies*, Chem. Eng. Process., 1984, Vol. 18, p. 31-53
- [61] SCHLÜNDER E.U., MOLLEKOPF N., *Vacuum contact drying of free flowing mechanically agitated particulate material*, Chem. Eng. Process., 1984, Vol. 18, p. 93-111

- [62] SCHLÜNDER E.U., TSOTSAS E., *Wärmeübertragung in Festbetten, durchmischten Schüttgütern und Wirbelschichten*, Stuttgart : Georg Thieme Verlag, 1988, 259 p.
- [63] SCHLÜNDER E.U., *Über den stand der wissenschaftlichen Grundlagen zur Auslegung von Kontakt Trocknern für grobkörniges, rieselfähiges Trocknungsgut*, Chem. Ing. Technol., 1981, Vol. 53, N° 12, p. 925-941
- [64] SCHLÜNDER E.U., *Wärmeübergang an bewegte Kugelschüttungen bei kurzfristigem Kontakt*, Chemie Ing. Technol., 1971, Vol. 43, N° 11, p. 651-654
- [65] SHIOTSUBO T., *Gelatinization temperature of potato starch at the equilibrium state*, Agric. Biol. Chem., 1984, Vol. 48, N° 1, p. 1-7
- [66] SHIOTSUBO T., TAKAHASHI K., *Differential thermal analysis of potato starch gelatinization*, Agric. Biol. Chem., 1984, Vol. 48, N° 1, p. 9-17
- [67] SLADE L., LEVINE H., *Non equilibrium melting of native granular starch : Part I. Temperature location of the glass transition associated with gelatinization of A - type cereal starches*, Carbohydrate Polymers, 1988, Vol. 8, p. 183-208
- [68] SPELT J.K., BRENNEN C.E., SABERSKY R.H., *Heat transfer to flowing granular material*, Int. J. Heat Mass Transfer, 1981, Vol. 25, N° 6, p. 791-796
- [69] STAMATOPOULOS A., *Contribution à l'étude expérimentale et théorique du séchage des pâtes alimentaires*, Thèse Doct. état, Université des Sciences et Techniques du Languedoc, Montpellier, 1986, 232 p.
- [70] STITT F., KENNEDY E.K., *Specific heats of dehydrated vegetables and egg powder*, Food Research, 1945, Vol. 10, p. 426-436
- [71] STZABERT Z.T., *Size selection of vacuum contact dryer with mechanically mixed particulate material*, Drying Technol., 1989, Vol. 7, N° 1, p. 71-85
- [72] SULLIVAN W.N., SABERSKY R.H., *Heat transfer to flowing granular media*, Int. J. Heat Mass Transfer, 1975, Vol. 18, N° 1, p. 97-107
- [73] TOEI R., OHMORI T., FURUTA T., OKAZAKI M., *Heat transfer coefficient between heating wall and agitated granular bed*, Proc. of the 4th Intern. Drying Sympos., 1984, p. 495-500
- [74] TSOTSAS E., MARTIN M., *Thermal conductivity of packed beds : a review*, Chem. Eng. Process., 1987, Vol. 22, p. 19-37
- [75] TSOTSAS E., SCHLÜNDER E.U., *Contact drying of mechanically agitated particulate material in the presence of inert gas*, Chem. Eng. Process., 1986, Vol. 20, p. 277-285
- [76] TSOTSAS E., *Über den Einfluss der Dispersität und der Hygroskopizität auf den Trocknungsverlauf bei der Vakuum-Kontakt Trocknung rieselfähiger Trocknungsgüter*, Thèse, Université de Karlsruhe, R.F.A., 1985, 210 p.
- [77] VAN DEN BERG C., *Vapour sorption equilibria and other water-starch interactions ; a physico-chemical approach*, Thèse, Université de Wageningen, Pays-bas, 1981
- [78] WILLIAMS M.L., LANDEL R.F., FERRY J.D., *Temperature dependence of relaxation mechanisms in amorphous polymers and other glass-forming liquids*, J. Amer. Chem. Soc., 1955, Vol. 77, p. 3701-3707

- [79] WUNSCHMANN J., *Wärmeübertragung von beheizten Flächen an bewegte Kugelschüttungen bei normal Druck und im Vakuum*, Thèse, Université de Karlsruhe, R.F.A., 1974
- [80] ZAFIROPOULOS M., *Contribution à l'étude du séchage des pâtes à base de maïs*, Thèse Doct. Ing., Université des Sciences et Techniques du Languedoc, Montpellier, 1987, 212 p.
- [81] ZEHNER P., SCHLÜNDER E.U., *Einfluss der Wärmestrahlung und des Druckes auf den Wärmetransport in nicht durchströmten Schüttungen*, Chemie Ing. Technol., 1972, Vol. 44, N° 23, p. 1303-1308

ANNEXE 1

**PREDICTION DE LA CONDUCTIVITE
THERMIQUE D'UNE COUCHE
GRANULAIRE HUMIDE**

A1. PREDICTION DE LA CONDUCTIVITE THERMIQUE D'UNE COUCHE GRANULAIRE HUMIDE

Les travaux de ZEHNER (1972) et BAUER (1977) sur le transfert de chaleur dans les milieux granulaires ont conduit à la présentation d'un modèle théorique permettant de prédire la conductivité thermique effective de couches de particules. Ce modèle repose sur l'utilisation d'une cellule élémentaire à l'intérieur de laquelle les lignes de flux sont supposées être parallèles.

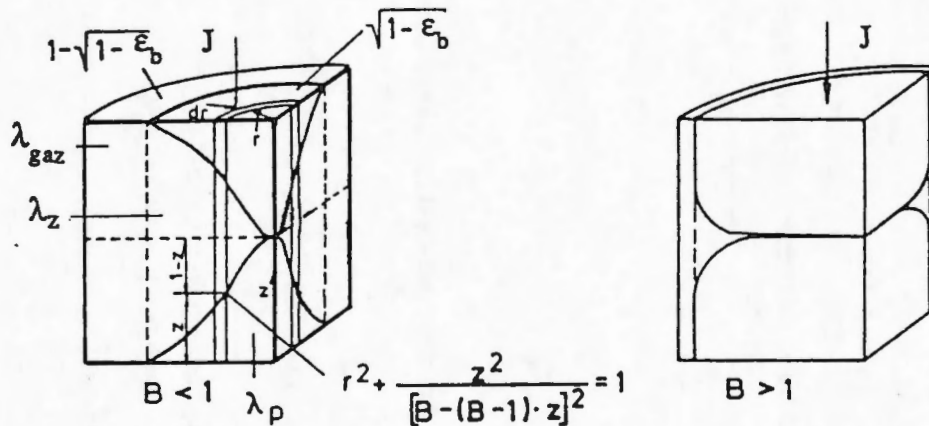


Figure < A1.1 > : Schéma de la cellule élémentaire du modèle proposée par ZEHNER (1972).

La cellule comprend (cf figure < A1.1 >) :

- un domaine occupé seulement par la phase fluide dont la fraction volumique est $(1 - \sqrt{1 - \epsilon_b})$
- un domaine dans lequel le transfert de chaleur s'effectue par conduction de particule à particule à travers l'espace gazeux interparticulaire; sa fraction volumique est $\sqrt{1 - \epsilon_b}$

ϵ_b désigne la porosité extraparticulaire de la couche.

La phase solide est constituée de particules déformables dont l'équation générique de forme est la suivante :

$$r^2 + \frac{z^2}{[B - (B - 1)z]^2} = 1 \quad (\text{A1-1})$$

où r est le rayon de la particule (sens perpendiculaire au flux de chaleur)
 z est la coordonnée axiale de la particule (sens parallèle au flux de chaleur)

Le coefficient B permet d'adapter la forme de la particule modélisée à celle de la particule réelle. Ainsi, pour $B = 1$, on observe que l'équation (A1-1) correspond au cas de la sphère de rayon r .

On peut par ailleurs exprimer la porosité de la couche ϵ_b en fonction du paramètre B :

$$\epsilon_b = 1 - \left[\frac{B}{(B-1)^3} (3 - 4B + B^2 + 2 \ln B) \right]^2 \quad (\text{A1-2})$$

Cette équation ne peut être résolue que de manière numérique; néanmoins une solution approchée d'une précision suffisante est donnée par la formule suivante :

$$B = C_f \left(\frac{1 - \epsilon_b}{\epsilon_b} \right)^{\frac{10}{9}} \quad (\text{A1-3})$$

où C_f est un facteur de forme caractérisant la particule, dont les valeurs les plus courantes sont rassemblées dans le tableau [A1.1].

Tableau [A1.1] : Facteurs de forme et taux volumique de contact de quelques particules courantes (TSOTSAS et MARTIN, 1987)

Forme de la particule	C_f	R_f	D_f	ϕ_p	Matériau
Sphère	1,25	1	1	0,0077	céramique
				0,0013	acier
				0,0253	cuivre
Cylindre	2,5	1	-	-	-
Anneau de Raschig	$2,5 (1 + (d_i / d_a)^2)$	1	-	-	-
Forme irrégulière	1,4	1	-	0,0010	sable

Dans le cas d'un milieu diphasique dont la phase fluide est un gaz, on peut définir les conductivités thermiques équivalentes suivantes :

- λ_z la conductivité thermique équivalente de conduction entre particules,
- λ_{rad} la conductivité thermique équivalente de rayonnement entre particules,
- λ_p la conductivité thermique équivalente de la particule,
- λ_{gaz} la conductivité thermique équivalente de la phase gazeuse,
- λ_D la conductivité thermique équivalente de l'espace gazeux situé entre les particules.

La conductivité thermique équivalente du milieu λ_b est alors donnée par le système d'équation (A1-4) à (A1-6) :

$$\frac{\lambda_b}{\lambda_{gaz}} = (1 - \sqrt{1 - \epsilon_b}) \left(\frac{\epsilon_b}{\epsilon_b - 1 + \frac{\lambda_{gaz}}{\lambda_D}} + \epsilon_b \frac{\lambda_{rad}}{\lambda_{gaz}} \right) + \sqrt{1 - \epsilon_b} \left(\phi_p \frac{\lambda_p}{\lambda_{gaz}} + (1 - \phi_p) \frac{\lambda_z}{\lambda_{gaz}} \right) \quad (A1-4)$$

où ϕ_p est le taux volumique de contact entre particules.

avec

$$\begin{aligned} \frac{\lambda_z}{\lambda_{gaz}} = \frac{2}{N_1} & \left\{ \frac{B \left(\frac{\lambda_p}{\lambda_{gaz}} + \frac{\lambda_{rad}}{\lambda_{gaz}} - 1 \right) \frac{\lambda_{gaz}}{\lambda_D} \frac{\lambda_{gaz}}{\lambda_p}}{N_1^2} \ln \left(\frac{\left(\frac{\lambda_p}{\lambda_{gaz}} + \frac{\lambda_{rad}}{\lambda_{gaz}} \right) \frac{\lambda_{gaz}}{\lambda_D}}{B \left[1 + \left(\frac{\lambda_{gaz}}{\lambda_D} - 1 \right) \left(\frac{\lambda_p}{\lambda_{gaz}} + \frac{\lambda_{rad}}{\lambda_{gaz}} \right) \right]} \right) \right\} \\ & + \frac{B+1}{N_1 B} \left\{ \frac{\lambda_{rad}}{\lambda_{gaz}} \frac{\lambda_{gaz}}{\lambda_D} - B \left[1 + \left(\frac{\lambda_{gaz}}{\lambda_D} - 1 \right) \frac{\lambda_{rad}}{\lambda_{gaz}} \right] \right\} - \frac{2(B-1)}{N_1^2} \frac{\lambda_{gaz}}{\lambda_D} \end{aligned} \quad (A1-5)$$

où

$$N_1 = \frac{\lambda_{gaz}}{\lambda_D} \left[1 + \left(\frac{\lambda_{rad}}{\lambda_{gaz}} - B \frac{\lambda_D}{\lambda_{gaz}} \right) \frac{\lambda_{gaz}}{\lambda_p} \right] - B \left(\frac{\lambda_{gaz}}{\lambda_D} - 1 \right) \left(1 + \frac{\lambda_{rad}}{\lambda_{gaz}} \frac{\lambda_{gaz}}{\lambda_p} \right) \quad (A1-6)$$

La conductivité thermique équivalente λ_{rad} peut être calculée à l'aide d'une relation de la forme suivante :

$$\lambda_{\text{rad}} = 4 \sigma F T^3 \chi_{\text{rad}} \quad (\text{A1-7})$$

où F est un facteur de forme calculé généralement à l'aide de la relation suivante (ARGO et SMITH, 1953) :

$$F = \frac{\epsilon'_p}{2 - \epsilon'_p} \quad (\text{A1-8})$$

et

$$\chi_{\text{rad}} = R_f d_p \quad (\text{A1-9})$$

où R_f est un coefficient dépendant de la forme de la particule. Comme l'indique le tableau [A1.1], il prend la valeur 1 dans les cas des formes les plus courantes.

La conductivité thermique équivalente λ_D est donnée par l'équation suivante :

$$\frac{\lambda_{\text{gaz}}}{\lambda_D} = 1 + \frac{1}{\chi_D} \quad (\text{A1-10})$$

où 1 est le libre parcours moyen de la molécule de gaz (cf équation (5-3)),

et où le paramètre de forme χ_D est calculé à l'aide de la formule suivante :

$$\chi_D = D_f d_p \quad (\text{A1-11})$$

où D_f est un coefficient de forme (voir tableau [A1.1]).

Dans le cas d'une couche granulaire polydispersée les équations (A1-3), (A1-9) et (A1-11) deviennent :

$$B = C_f \left(\frac{1 - \epsilon_b}{\epsilon_b} \right)^{\frac{10}{9}} f(\zeta) \quad (\text{A1-12})$$

où $f(\zeta)$ est une fonction de répartition qui s'exprime de la façon suivante :

$$f(\zeta) = 1 + 3\zeta \quad (\text{A1-13})$$

avec

$$\zeta = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n \frac{\omega_i}{d_i^2}}{\left(\sum_{i=1}^n \frac{\omega_i}{d_i}\right)^2 - 1}} \quad (\text{A1-14})$$

où ω_i est le pourcentage volumique de particules de la fraction i ,
 d_i est le diamètre des particules de la fraction i .

$$\chi_{\text{rad}} = \frac{1}{\sum_{i=1}^n \frac{\omega_i}{R_{f,i} d_i}} \quad (\text{A1-15})$$

et

$$\chi_D = \frac{1}{\sum_{i=1}^n \frac{\omega_i}{D_{f,i} d_i}} \quad (\text{A1-16})$$

où $R_{f,i}$ et $D_{f,i}$ sont les facteurs de forme (rayonnement et conduction dans l'espace gazeux interparticulaire) des particules de la fraction i .

Dans sa forme originelle ce modèle théorique n'est utilisable que lorsque l'on connaît la conductivité thermique de la particule λ_p . Dans le cas de particules poreuses il faut donc introduire une conductivité thermique équivalente de celles-ci. Par ailleurs les équations précédentes ne sont pas directement applicables aux milieux granulaires humides (triphasiques) puisqu'elles ne prennent en compte que deux phases (solide et fluide).

Pour surmonter ces difficultés TSOTSAS et SCHLÜNDER (1986) ont procédé de la façon suivante :

- la conductivité thermique équivalente de la particule supposée poreuse est estimée à l'aide du modèle de KRISCHER (1963), en considérant la particule comme un milieu triphasique (solide, eau liquide, gaz),

- le terme de conductivité thermique équivalente due à la diffusion de la vapeur sous l'effet du gradient thermique, noté λ_{dif} , est ajouté à la conductivité thermique de la phase gazeuse λ_{gaz} .

Dans les paragraphes suivants nous présentons les méthodes de calcul des conductivités thermiques équivalentes de la particule, notée λ'_p , et de l'espace gazeux interparticulaire λ'_D . Le calcul de la conductivité thermique effective de la couche granulaire humide peut être alors simplement mené en remplaçant λ_p par λ'_p et λ_D par λ'_D dans les équations (A1-4) à (A1-6). Auparavant il est nécessaire d'évaluer la conductivité thermique due à l'évapo-condensation, notée λ_{dif} .

Estimation de la conductivité thermique due au phénomène d'évapo-condensation :

La diffusion de la vapeur entre une paroi chaude à la température T_1 et une paroi froide à la température T_2 ($T_2 < T_1$) est liée à la différence entre les pressions partielles de vapeur régnant au voisinage de ces deux parois. La vapeur d'eau produite à la surface de la plaque chaude diffuse dans l'espace gazeux situé entre les parois, puis se recondense sur la paroi froide (voir figure < A1.2 >).

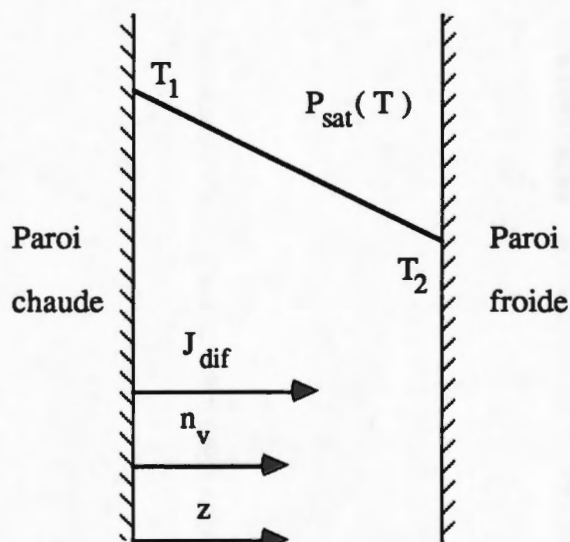


Figure < A1.2 > : Schéma explicatif du phénomène d'évapo-condensation entre une paroi chaude et une paroi froide.

La densité de flux de chaleur lié à ce transport de vapeur s'écrit :

$$J_{\text{dif}} = n_v \Delta H_V \quad (\text{A1-17})$$

où n_v est la densité de flux molaire de vapeur d'eau ($\text{kmol/m}^2 \text{ s}$),
 ΔH_V est la chaleur latente molaire d'évaporation (kJ/kmol).

La conductivité thermique équivalente due à ce phénomène peut être définie par la relation suivante :

$$J_{\text{dif}} = - \lambda_{\text{dif}} \frac{\partial T}{\partial z} \quad (\text{A1-18})$$

En utilisant (A1-17) et (A1-18) on obtient :

$$- \lambda_{\text{dif}} \frac{\partial T}{\partial z} = n_v \Delta H_v \quad (\text{A1-19})$$

Si l'on suppose que l'air entre les parois reste toujours saturé, la densité de flux molaire de vapeur d'eau peut s'écrire :

$$n_v = - c_a D_c \frac{1}{P_T - P_{\text{sat}}} \frac{dP_{\text{sat}}}{dT} \Delta H_v \quad (\text{A1-20})$$

où c_a est la concentration molaire de l'air humide (kmol/m³),
 D_c est le coefficient de diffusion de la vapeur d'eau (m²/s).

En utilisant la loi des gaz parfaits et la relation de CLAUSIUS-CLAPEYRON on trouve :

$$c_a = \frac{P_T}{R T} \quad (\text{A1-21})$$

et

$$\frac{dP_{\text{sat}}}{dT} = \frac{\Delta H_v}{R} \frac{P_{\text{sat}}}{T^2} \quad (\text{A1-22})$$

La conductivité thermique équivalente λ_{dif} s'exprime donc finalement grâce à la relation suivante :

$$\lambda_{\text{dif}} = \frac{D_c}{R^2 T^3} \frac{P_{\text{sat}}}{1 - \frac{P_{\text{sat}}}{P_T}} \Delta H_v^2 \quad (\text{A1-23})$$

Pour le mélange vapeur d'eau / air, le coefficient de diffusion D_c peut être calculé à l'aide de la relation de SCHIRMER :

$$D_c = \frac{2,26}{P_T} \left(\frac{T}{273} \right)^{1,81} \quad (\text{A1-24})$$

où P_T est exprimé en Pa et T en K.

Calcul de la conductivité thermique équivalente de la particule poreuse :

La figure < A1.3 > présente le schéma équivalent de la particule poreuse humide au sens du modèle de KRISCHER.

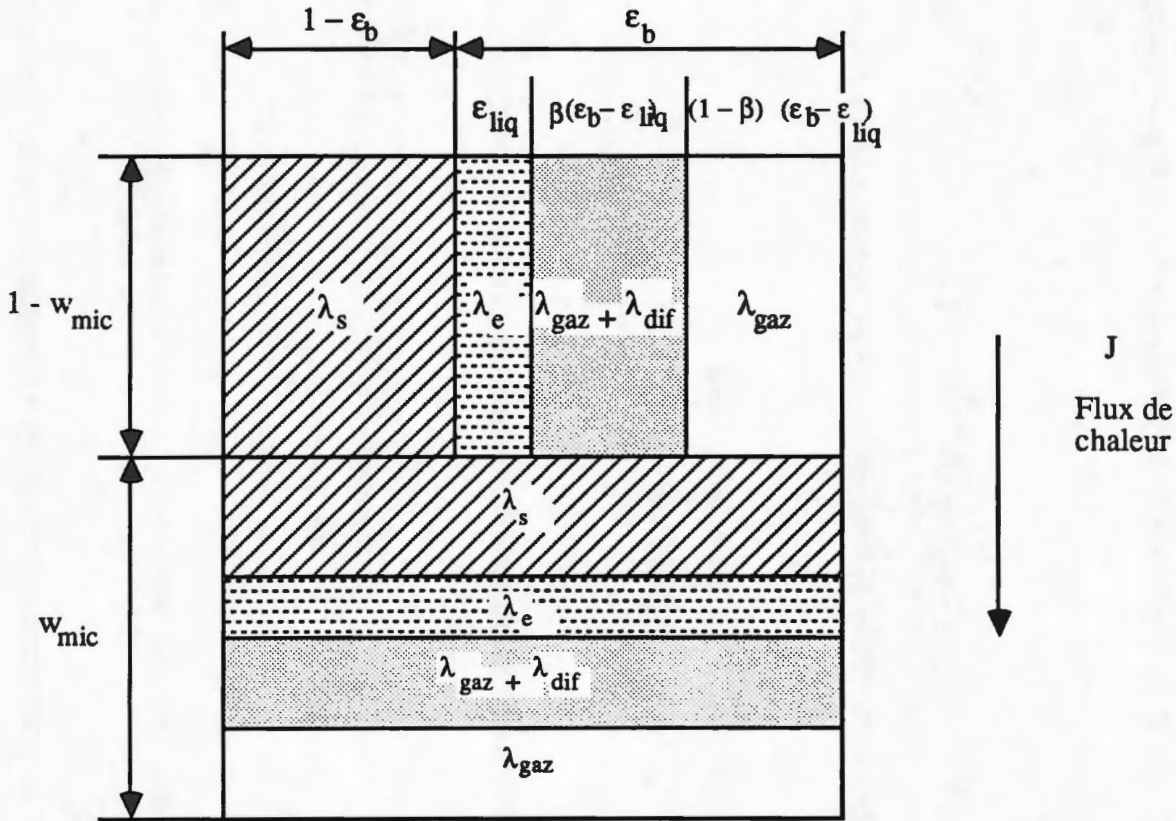


Figure < A1.3 > : Schéma équivalent d'une particule poreuse humide d'après le modèle de KRISCHER.

Cet auteur distingue 4 types de phases :

- une phase solide de conductivité thermique λ_s et de fraction volumique $(1 - \epsilon_b)$,
- une phase liquide de conductivité thermique λ_{liq} et de fraction volumique ϵ_{liq} ,
- une phase gazeuse emprisonnée entre les **parois humides** du système de pores dont la conductivité thermique est $(\lambda_{gaz} + \lambda_{dif})$ et la fraction volumique $\beta (\epsilon_b - \epsilon_{liq})$,
- une phase gazeuse emprisonnée entre les **parois sèches** du système de pores dont la conductivité thermique est λ_{gaz} et la fraction volumique $(1 - \beta) (\epsilon_b - \epsilon_{liq})$.

Le paramètre w_{mic} représente la fraction volumique de couches de ces différentes phases disposées perpendiculairement au flux de chaleur; le coefficient β représente lui la fraction volumique moyenne de gaz se trouvant entre deux parois humides du système de pores, c'est à dire pour laquelle le phénomène d'évapo-condensation intervient. TSOTSAS et SCHLÜNDER proposent de calculer ce coefficient à l'aide de la corrélation suivante :

$$\beta = 1 - \left(1 - \frac{X}{X_{sat}} \right)^9 \quad (A1-25)$$

où X est la teneur en eau moyenne de la particule, assimilable à celle de la couche,
 X_{sat} est la teneur en eau de la particule à saturation.

La fraction volumique de pores occupés par la phase liquide ϵ_{liq} peut être obtenue à l'aide de la relation suivante :

$$\epsilon_{liq} = \epsilon_p \frac{X}{X_{sat}} \quad (A1-26)$$

Finalement, la conductivité thermique équivalente de la particule poreuse humide λ'_p est déterminée à l'aide de l'équation suivante :

$$\lambda'_p = \frac{1}{\frac{1 - w_{mic}}{\lambda_1} + \frac{w_{mic}}{\lambda_2}} \quad (A1-27)$$

avec

$$\lambda_1 = (1 - \epsilon_b) \lambda_s + \epsilon_{liq} \lambda_e + \beta (\epsilon_b - \epsilon_{liq}) (\lambda_{gaz} + \lambda_{dif}) + (1 - \beta) (\epsilon_b - \epsilon_{liq}) \lambda_{gaz} \quad (A1-28)$$

et

$$\lambda_2 = \frac{1}{\frac{1 - \epsilon_b}{\lambda_s} + \frac{\epsilon_{liq}}{\lambda_e} + \frac{\beta (\epsilon_b - \epsilon_{liq})}{(\lambda_{gaz} + \lambda_{dif})} + \frac{(1 - \beta) (\epsilon_b - \epsilon_{liq})}{\lambda_{gaz}}} \quad (A1-29)$$

Calcul de la conductivité thermique équivalente de l'espace gazeux interparticulaire :

Le calcul de la conductivité thermique équivalente de l'espace gazeux interparticulaire λ'_D est effectué de la même manière que pour la particule poreuse. Le schéma équivalent de KRISCHER comprend alors :

- une phase gazeuse emprisonnée entre les parois sèches du système de pore, dont la conductivité thermique est λ_{gaz} et la fraction volumique β ,

- une phase gazeuse emprisonnée entre les parois humides du système de pore, dont la conductivité thermique est $(\lambda_{\text{gaz}} + \lambda_{\text{dif}})$ et la fraction volumique $(1 - \beta)$.

La conductivité thermique équivalente de l'espace gazeux est alors déterminée à l'aide de l'équation suivante :

$$\lambda'_D = \frac{1}{\frac{1 - w_{\text{mac}}}{\lambda_3} + \frac{w_{\text{mac}}}{\lambda_4}} \quad (\text{A1-30})$$

avec

$$\lambda_3 = \beta (\lambda_{\text{gaz}} + \lambda_{\text{dif}}) + (1 - \beta) \lambda_{\text{gaz}} \quad (\text{A1-31})$$

et

$$\lambda_4 = \frac{1}{\frac{\beta}{\lambda_{\text{gaz}} + \lambda_{\text{dif}}} + \frac{1 - \beta}{\lambda_{\text{gaz}}}} \quad (\text{A1-32})$$

w_{mac} représentant la fraction volumique de couches de l'espace interparticulaire perpendiculaires au flux de chaleur.

ANNEXE 2

LE COEFFICIENT DE TRANSFERT DE CHALEUR PAR CONTACT ENTRE UNE PAROI PLANE ET UNE COUCHE GRANULAIRE

A2. LE COEFFICIENT DE TRANSFERT DE CHALEUR PAR CONTACT ENTRE UNE PAROI PLANE ET UNE COUCHE GRANULAIRE :

L'estimation du coefficient de transfert de chaleur par contact entre une paroi plane et une couche granulaire a fait l'objet d'un grand nombre de publications (SCHLÜNDER, 1971; GÜNES et al., 1980; GÜNES et SCHLÜNDER, 1980; SCHLÜNDER, 1980; SCHLÜNDER 1981; MOLLEKOPF et MARTIN, 1982). Les équations (5-1) à (5-4) présentées au chapitre 5 fournissent une méthode de calcul de ce coefficient, noté h_{pc} , pour une couche composée de particules sphériques, qui sont en contact ponctuel avec la plaque dans le cas d'une atmosphère de gaz raréfiée. Cette relation s'applique indifféremment dans le cas d'une pression totale réduite (vide partiel) ou en atmosphère normale, pourvu que l'espace entre la plaque et la particule soit du même ordre de grandeur que le libre parcours moyen de la molécule de gaz.

La justification des équations (5-1) à (5-4) fait appel à la théorie cinétique des gaz dont nous nous bornerons à ne présenter que les résultats intéressant directement la démonstration.

Rappels de théorie cinétique des gaz :

Si l'on suppose que la répartition des vitesses suit la loi de MAXWELL, on démontre que la vitesse moyenne des molécules de gaz, notée v_m , peut s'écrire de la façon suivante :

$$v_m = \sqrt{\frac{8}{\pi} \frac{R T}{M}} \quad (A2-1)$$

où R est la constante molaire des gaz parfaits,
 T la température du gaz,
 M la masse molaire du gaz.

Le libre parcours moyen d'une molécule de gaz, noté Λ , est la distance que parcourt la molécule entre deux chocs consécutifs avec d'autres molécules; celui-ci peut être calculé à l'aide de la relation suivante :

$$\Lambda = 2 \frac{\lambda_{gaz}}{v_m \rho_{gaz} \left(C_{p_{gaz}} - \frac{R}{2} \right)} \quad (A2-2)$$

Le flux net d'énergie transmis à une surface plane située à une abscisse z , par les molécules de gaz provenant des surfaces situées à des abscisses $z - \Lambda$ et $z + \Lambda$ est donné par la relation suivante :

$$J = \frac{1}{6} (\rho C)_{\text{gaz}} v_m (T_{z-\Lambda} - T_{z+\Lambda}) \quad (\text{A2-3})$$

Si l'on pose par ailleurs :

$$T_{z-\Lambda} - T_{z+\Lambda} = - 2 \Lambda \frac{\partial T}{\partial z} \quad (\text{A2-4})$$

on obtient pour J la relation suivante :

$$J = \frac{1}{3} (\rho C)_{\text{gaz}} \Lambda v_m \frac{\partial T}{\partial z} \quad (\text{A2-5})$$

En se ramenant à la définition de la conductivité thermique :

$$J = - \lambda_{\text{gaz}} \frac{\partial T}{\partial z} \quad (\text{A2-6})$$

on peut déterminer à l'aide des équations (A2-5) et (A2-6) la conductivité thermique équivalente du gaz qui s'écrit alors :

$$\lambda_{\text{gaz}} = \frac{v_m \Lambda (\rho C)_{\text{gaz}}}{3} \quad (\text{A2-7})$$

Transfert de chaleur par conduction dans un espace gazeux situé entre deux parois planes

L'espace gazeux régnant entre deux plaques A et B, situées à une distance s l'une de l'autre, peut être décomposé en trois zones distinctes (voir figure < A2.1 >) :

- deux zones pariétales constituées par le gaz présent entre la plaque A et la surface plane fictive A' d'une part et la plaque B et la surface fictive B' d'autre part,

- une zone centrale pour le gaz existant entre les deux surfaces planes fictives A' et B'.

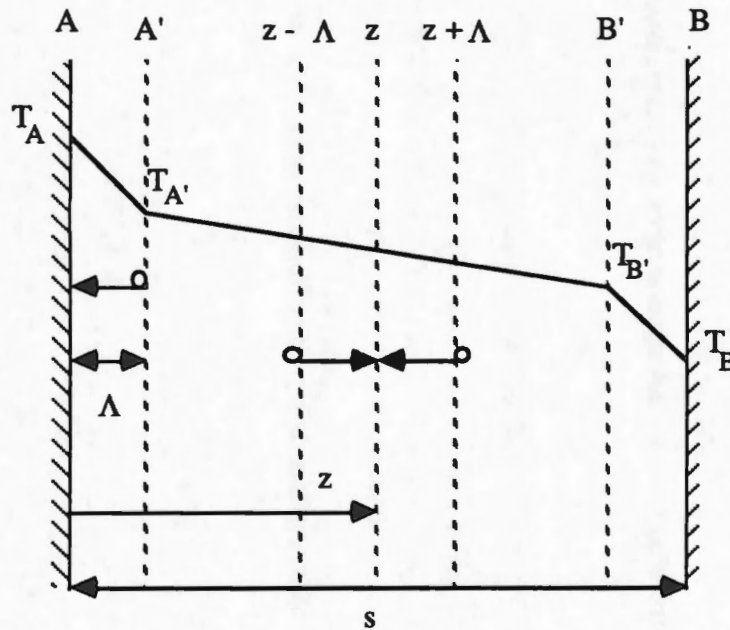


Figure < A2.1 > : Transfert de chaleur entre deux parois plane dans une atmosphère de gaz raréfié.

Si l'on se place à une distance z de la plaque A à l'intérieur de la zone centrale, et si l'on suppose en outre une évolution linéaire de la température avec z (cf équation (A2-4)), on a :

$$\frac{T_{z-\Lambda} - T_{z+\Lambda}}{T_{A'} - T_{B'}} = \frac{2 \Lambda}{s - 2 \Lambda} \quad (\text{A2-8})$$

En utilisant les équations (A2-3) et (A2-8), le flux net de chaleur échangé entre les surfaces A' et B' s'écrit :

$$J = \frac{1}{3} (\rho C)_{\text{gaz}} \Lambda v_m \frac{\Lambda}{s - 2 \Lambda} (T_{A'} - T_{B'}) \quad (\text{A2-9})$$

soit d'après (A2-7) :

$$J = \frac{\lambda_{\text{gaz}}}{s - 2 \Lambda} (T_{A'} - T_{B'}) \quad (\text{A2-10})$$

Si l'on se place maintenant dans la zone pariétale proche de la paroi A, une partie de l'énergie produite par le choc des molécules est perdue par réflexion et n'est donc pas transmise à la plaque; Si l'on note v_1 la part d'énergie effectivement reçue par la plaque, le flux net d'énergie transmis s'écrit alors :

$$J = \frac{1}{6} (\rho C)_{\text{gaz}} v_m (T_A - T_{A'}) v_1 \quad (\text{A2-11})$$

où v_1 est appelé le coefficient d'accommodation.

Pour la plaque B on obtient de manière analogue :

$$J = \frac{1}{6} (\rho C)_{\text{gaz}} v_m (T_{B'} - T_B) v_2 \quad (\text{A2-12})$$

A l'aide des équations (A2-), (A2-), (A2-11) et (A2-12), le flux de chaleur échangé entre la plaque A et la plaque B s'écrit finalement :

$$J = \frac{\lambda_{\text{gaz}}}{s + 2 \Lambda \left(\frac{1}{v_1} + \frac{1}{v_2} - 1 \right)} (T_A - T_B) \quad (\text{A2-13})$$

Par souci de simplification on pose généralement $v_1 = v_2 = v$, de sorte que (A2-13) devient :

$$J = \frac{\lambda_{\text{gaz}}}{s + 1} (T_A - T_B) \quad (\text{A2-14})$$

avec

$$1 = 2 \Lambda \frac{2 - \nu}{\nu} \quad (\text{A2-15})$$

1 est appelé libre parcours moyen modifié de la molécule.

En utilisant les équations (A2-15), (A2-2) et (A2-1) on obtient pour 1 la formule de calcul suivante :

$$1 = 2 \frac{2 - \nu}{\nu} \sqrt{\frac{2 \pi T R}{M}} \quad (\text{A2-16})$$

L'équation (A2-14) nous permet par ailleurs de déterminer un coefficient équivalent de transfert de chaleur par conduction entre les plaques A et B; celui-ci s'écrit :

$$h_{AB} = \frac{\lambda_{\text{gaz}}}{s + 1} \quad (\text{A2-17})$$

Transfert de chaleur entre une paroi plane et une particule sphérique :

Le transfert de chaleur entre une paroi plane et une particule sphérique va s'effectuer par conduction dans l'espace gazeux dont la hauteur s est donnée par la relation suivante (voir figure < A2.2 >) :

$$s = \frac{d}{2} - \sqrt{\frac{d}{2} - r^2} \quad (\text{A2-18})$$

où d est le diamètre de la particule

r est le rayon de la projection sur la plaque d'un point de la surface de la sphère.

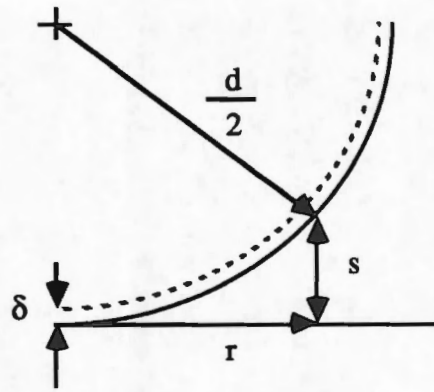


Figure < A2.2 > : Schéma explicatif du modèle géométrique servant au calcul du coefficient de transfert de chaleur entre une plaque et une particule

Le coefficient global de transfert de chaleur entre la plaque et la particule, noté h_{pp} , est alors calculé par intégration du coefficient de transfert local sur toute l'aire projetée de la particule, notée A_p ; d'où :

$$h_{pp} = \frac{1}{A_p} \int_{A_p} h_{pp}(r, \theta) dA_p \quad (A2-19)$$

où $h_{pp}(r, \theta)$ est défini par l'équation (A2-17).

En utilisant des coordonnées cylindriques on obtient :

$$h_{pp} = \frac{4}{\pi d^2} \int_0^{\frac{d}{2}} h_{pp}(r) 2\pi r dr \quad (A2-20)$$

d'où après intégration :

$$h_{pp} = \frac{4 \lambda_{gaz}}{d} \left[\left(1 + \frac{2}{d} \right) \text{Ln} \left(1 + \frac{d}{2} \right) - 1 \right] \quad (A2-21)$$

Cette dernière équation est valide pour une particule sphérique lisse. Si la particule possède en outre une rugosité de dimension δ , cette dernière doit être prise en compte en l'ajoutant au libre parcours moyen l .

L'équation (A2-21) se transforme alors sous la forme suivante :

$$h_{pp} = \frac{4 \lambda_{\text{gaz}}}{d} \left\{ \left[1 + \frac{2(1 + \delta)}{d} \right] \text{Ln} \left[1 + \frac{d}{2(1 + \delta)} \right] - 1 \right\} \quad (\text{A2-22})$$

Le calcul du coefficient de transfert de chaleur entre une plaque et une couche de particules sphériques est réalisé en supposant qu'une partie ϕ du flux de chaleur est transférée à la première couche de particules, tandis que la partie restante $(1 - \phi)$ est transmise à la deuxième couche de ces particules. Le facteur ϕ est donc par définition la surface projetée de la première couche de particules ramenée à la surface totale de la plaque. Il est appelé taux de recouvrement surfacique de la plaque. Pour un arrangement octaédrique des particules il prend la valeur $(\pi / 4)$; en règle générale on utilise $\phi = 0,8$ (MOLLEKOPF et MARTIN, 1982).

Le coefficient de transfert de chaleur entre la plaque et la première couche de particules est donc h_{pp} défini par l'équation (A2-22), tandis que le coefficient de transfert entre la plaque et la deuxième couche de particules, noté h_{p2p} , peut être déterminé à l'aide de l'équation (A2-17); on obtient :

$$h_{p2p} = \frac{\lambda_{\text{gaz}}}{\eta + 1 + d} \quad (\text{A2-23})$$

où η est la distance entre la plaque et la deuxième couche de particules.

On suppose généralement un arrangement octaédrique des particules, ce qui conduit à :

$$\eta = d \frac{\sqrt{2}}{2} \quad (\text{A2-24})$$

Si l'on considère en outre la présence d'un échange de chaleur radiatif entre la plaque et la couche, matérialisé par le coefficient de transfert équivalent h_{rad} , on obtient finalement la formule (5-1) présentée au chapitre 5, soit :

$$h_{\text{pc}} = \varphi h_{\text{pp}} + (1 - \varphi) \frac{\frac{2 \lambda_{\text{gaz}}}{d}}{\sqrt{2} + \frac{2(1 + \delta)}{d}} + h_{\text{rad}} \quad (\text{A2-25})$$

ANNEXE 3

CALCUL DU NOMBRE DE NUSSELT POUR UN ECHANGE CONVECTIF A LA SURFACE DE LA COUCHE GRANULAIRE

A3. CALCUL DU NOMBRE DE NUSSELT DANS LE CAS D'UN ECHANGE CONVECTIF A LA SURFACE DE LA COUCHE GRANULAIRE :

Le nombre de Nusselt permettant de quantifier le transfert de chaleur par convection à la surface de la couche granulaire peut être calculé grâce à une méthode fournie par TSOTSAS et SCHLÜNDER (1986).

Le procédé de calcul prend en considération le transfert de chaleur par convection forcée et par convection naturelle. Le nombre de Reynolds tenant compte de ces deux phénomènes peut être calculé à l'aide de la relation suivante :

$$Re_g = \sqrt{Re_{for}^2 + \frac{Gr}{2,5}} \quad (A3-1)$$

où Gr et Re_{for} sont respectivement le nombre de GRASHOF et le nombre de REYNOLDS définis de manière classique par les relations suivantes :

$$Gr = \frac{L^3 g}{v_a^2} \frac{\rho_{a,\infty} - \rho_{a,s}}{\rho_{a,s}} \quad (A3-2)$$

où v_a est la viscosité cinématique exprimée en m^2 / s ,
 $\rho_{a,\infty}$ et $\rho_{a,s}$ sont respectivement la masse volumique de l'air hors de la couche limite et à la surface de cette couche.

et

$$Re_{for} = \frac{U_{\infty} L}{v_a} \quad (A3-3)$$

où U_{∞} est la vitesse de l'air hors de la couche limite.

L est une longueur caractéristique de l'écoulement ; dans le cas d'une couche de forme circulaire L est calculé à l'aide de la formule suivante :

$$L = \pi \frac{D}{8} \quad (A3-4)$$

où D est le diamètre de la couche.

Finalement le nombre de NUSSELT est déterminé à l'aide de l'équation suivante :

$$Nu = \sqrt{Nu_{lam}^2 + Nu_{tur}^2} \quad (A3-5)$$

où Nu_{lam} est le nombre de NUSSELT en régime laminaire donné par la corrélation suivante :

$$Nu_{lam} = 0,664 Re_g^{1/2} Pr^{1/3} \quad (A3-6)$$

et Nu_{tur} est le nombre de NUSSELT en régime turbulent calculé de la façon suivante :

$$Nu_{tur} = \frac{0,037 Re_g^{0,8} Pr}{1 + 2,443 Re_g^{-0,1} (Pr^{2/3} - 1)} \quad (A3-7)$$

Selon ses auteurs, cette méthode de calcul donne des résultats satisfaisants pour des nombres de REYNOLDS et de PRANDTL variant dans les domaines suivants :

$$\begin{aligned} 0,1 < Re_g < 10^7 \\ 0,5 < Pr < 2500 \end{aligned}$$

ANNEXE 4

PROGRAMME DE RESOLUTION DU MODELE DE SECHAGE PAR CONTACT

A4. PROGRAMME DE RESOLUTION DU MODELE DE SECHAGE PAR CONTACT :

Le logiciel de résolution du modèle de séchage par contact présenté au chapitre 5 a été écrit en langage PASCAL, qui permet une programmation modulaire sur micro-ordinateur et donne des temps de calcul tout à fait raisonnables. Une itération prend en moyenne 15 s sur un ordinateur type IBM PS2, équipé d'un microprocesseur INTEL 80286.

A4.1. INTRODUCTION DES DONNEES :

L'introduction des données est réalisée à l'aide des trois procédures ENTREEAIR, ENTREEPRODUIT et ENTREESECHAGE :

La procédure ENTREEAIR permet l'introduction de la température sèche T_A (K), de l'humidité relative HR (%) et de la vitesse V_A (m/s) de l'air.

La procédure ENTREEPRODUIT assure l'entrée de la température initiale de la couche T_B [0] (K), de l'humidité initiale de la couche X [0] (kg/kg b.s.) et de la masse initiale de produit M_0 (g).

La procédure ENTREESECHAGE permet la saisie de la température de la plaque T_P (K), de la vitesse de rotation de l'agitateur Z (t/mn), du paramètre d'ajustement N_{mix} , et de l'épaisseur de la couche de particules sèches δ_c (mm).

La procédure SORTIERES permet d'introduire le nom du fichier résultats.

A4.2. INTRODUCTION DES CARACTERISTIQUES PHYSIQUES DU PRODUIT

Ces données, utilisées pour des séries de simulations où seules les conditions opératoires varient, sont fixées dans la procédure CARACMATERIAU.

Les données à introduire sont les suivantes :

- diamètre de la particule (DB) en μm ,
- porosité de la particule (POB),
- émissivité de la particule (EMB),
- rugosité de la particule (RUG) en μm ,
- masse volumique du solide (ROB) en kg/m^3 ,
- conductivité thermique du solide (COB) en W/mK .

Ce sous-programme contient également les valeurs de certains paramètres du modèle. Il s'agit :

- des paramètres du modèle de conductivité thermique de la couche (ZEHNER et BAUER) :
 - + w_{mic} (AMIC),
 - + w_{mac} (AMAC),
 - + taux volumique de contact entre particules (TC),
 - + facteur de forme de la particule (FC).
- des paramètres de calcul du coefficient de transfert de chaleur par contact h_{pc} :
 - + taux surfacique de recouvrement de la plaque (TRE),
 - + émissivité de la plaque (EMP),
 - + coefficient d'accommodation du gaz (AC).

Dans le cas d'un produit hygroscopique le calcul de l'activité de l'eau dans le produit pour une teneur en eau moyenne et une température données de la couche est effectué à l'aide des procédures AE1 et AE2. Pour des activités de l'eau allant jusqu'à 0,9, le calcul est réalisé à l'aide du modèle G.A.B. (routine AE1), tandis que pour $0,9 < a_w < 1$ les isothermes ont été linéarisées (routine AE2).

A4.3. CARACTERISTIQUES PHYSIQUES DE L'AIR ET DE L'EAU :

Les caractéristiques physiques de l'air et de la vapeur d'eau sont calculées en fonction de la température à l'aide des routines suivantes :

FONCTION LV :	chaleur latente de vaporisation de l'eau pure (J/kg),
FONCTION PSAT :	pression de vapeur saturante (Pa),
FONCTION PV :	pression partielle de vapeur d'eau dans l'air (Pa),
FONCTION CPAS:	chaleur massique de l'air sec (J/kgK),
FONCTION CPVE :	chaleur massique de la vapeur d'eau (J/kgK),
FONCTION ROAH :	masse volumique de l'air humide (kg/m^3),
FONCTION COAS:	conductivité thermique de l'air sec (W/mK),
FONCTION COVE :	conductivité thermique de la vapeur d'eau (W/mK),

FONCTION VIAS :	viscosité cinématique de l'air sec (m^2/s),
FONCTION VIVE :	viscosité cinématique de la vapeur d'eau (m^2/s),
FONCTION CPW :	chaleur massique de l'eau liquide (J/kgK),
FONCTION COW :	conductivité thermique de l'eau liquide (W/mK).

A4.4. CALCUL DES COEFFICIENTS DE TRANSFERT DE CHALEUR :

Les coefficients de transfert de chaleur sont calculés à l'aide des fonctions suivantes :

FONCTION CORAD : calcul du coefficient de transfert de chaleur radiatif h_{ra} entre la surface de la couche et l'air ambiant,

FONCTION COCON : calcul du coefficient de transfert de chaleur convectif h_{co} entre la surface de la couche et l'air ambiant,

FONCTION PENWB : calcul du coefficient de transfert de chaleur conductif $h_{b,h}$ à l'intérieur de la couche de particules. Cette fonction fait appel à la sous-routine COWB qui permet l'estimation de la conductivité thermique équivalente de la couche humide (modèle de ZEHNER et BAUER).

FONCTION COWS : calcul du coefficient de transfert de chaleur par contact h_{pc} entre la plaque et la première couche de particules

A4.5. CALCUL DES TEMPERATURES :

Pour résoudre les équations du bilan énergétique il faut déterminer les températures de la première couche de particule (T_H) et de la surface supérieure de la couche (T_S). Ce calcul est réalisé en résolvant ces équations de bilan par itérations successives à l'aide d'une méthode de dichotomie. Cette tâche est effectuée par les procédures TEMPSURFACE et TEMPCONTACT qui font appel respectivement aux deux sous-routines CALCULFONC1 et CALCULFONC2. CALCULFONC1 (CALCULFONC2) permet de calculer la densité de flux de chaleur à l'interface couche / air ambiant (plaque / couche) en fonction de T_S (T_H).

A4.6. PROGRAMME PRINCIPAL :

Le programme principal sert uniquement à gérer l'appel aux sous - routines précédentes, en suivant l'organigramme décrit à la figure < 5.5 >.

Après l'introduction des données, il fait appel aux routines de calcul des températures T_H et T_S et résout ensuite les équations de bilan thermique. A chaque itération les résultats - temps (s), température de la couche T_B (K), vitesse de séchage ($\text{kg/m}^2\text{h}$), teneur en eau moyenne (kg/kg b.s.) - sont sauvegardés dans le fichier résultat. Ce fichier est formaté de telle sorte qu'il est accessible par les logiciels de tracé de courbe vendu dans le commerce.

Un organigramme détaillé du programme de résolution utilisé dans le cas du séchage de billes d'alumine est fourni aux pages suivantes


```

PROGRAM SECHAGE CONTACT;
TYPE CARO=SET OF CHAR;
  TAB=ARRAY[1..3] OF REAL;
  CARAC=STRING[12];
CONST PT=1.01325E5;
  DELTA=0.62198;
  R=8.314;
  MH2O=0.018;
  MAIR=0.02896;
  CS=5.67E-8;
  G=9.81;
  PIRAC=1.12837917;
  DERAC=1.41421356;
  ROW=1000.;

```

```

VAR  TB0,B2,ZZ,TA,TW,HC,HWS,T1,HRAD,HWB,TCAL,PV1,CPAH,QL,QLAT,
  QIN,QSEN,TR,EMIP:REAL;
  PR,X0,AA,BB,B1,ROAP,A,H,MDRY,POBI,ROBI,DBI,RUG,EMIB,COBI,
  AMIC,HRA:REAL;
  MVF,FIW,XR,AMAC,TCO,POT,TREC,POBED,ACC,CF,L,VA,MO,Z,
  NMIX,DW,TCALC,PS1,RA1:REAL;
  EPF,COAH,VIAH,VCAH,RO2,AW:REAL;
  X,TBED,TS,TH:TAB;
  I:INTEGER;
  CAROK:CARO;
  CAR:CHAR;
  NOMFICH: CARAC;
  DATFILE:TEXT;

```

```

PROCEDURE ALEUR(X,Y:INTEGER;VAR V:REAL);
BEGIN
  GOTOXY(Y,X);WRITE('          ');
  GOTOXY(Y,X);READ(V);
END;

```

```

PROCEDURE ENTREEAIR(VAR TAIR,VAIR,HAIR:REAL);
BEGIN
  REPEAT
    GOTOXY(20,3);WRITE('***** AIR *****');
    GOTOXY(10,9);WRITE('1 : TEMPERATURE DE L"AIR (°K) : ',TAIR:5:2);
    GOTOXY(10,12);WRITE('2 : HUMIDITE RELATIVE DE L"AIR (%) : ',
    HAIR:3:2);
    GOTOXY(10,15);WRITE('3 : VITESSE DE L"AIR (m/s) : ',VAIR:3:2);
    GOTOXY(5,20);WRITE("TAPEZ D"ABORD VOTRE CHOIX ENSUITE LA
    VALEUR PUIS <RET>');
  REPEAT
    READ(KBD,CAR);
  UNTIL CAR IN CAROK;
  CASE CAR OF
    '1' : ALEUR(9,42,TAIR);
    '2' : ALEUR(12,47,HAIR);
    '3' : ALEUR(15,39,VAIR);
  END;
  UNTIL CAR='';
END;

```

```

PROCEDURE ENTREEPRODUIT(VAR TINI,X1,MP:REAL);
BEGIN
  REPEAT
    GOTOXY(20,3);WRITE('***** PRODUIT *****');
    GOTOXY(10,9);WRITE('1 : TEMPERATURE INITIALE DU LIT (°K) : ',TINI:5:2);
    GOTOXY(10,12);WRITE('2 : HUMIDITE INITIALE DU LIT (g/g) : ',X1:3:2);
    GOTOXY(10,15);WRITE('3 : MASSE INITIALE DE PRODUIT (g) : ',MP:3:2);
    GOTOXY(5,20);WRITE('TAPEZ D"ABORD VOTRE CHOIX ENSUITE LA
VALEUR PUIS <RET>');
  REPEAT
    READ(KBD,CAR);
  UNTIL CAR IN CAROK;
  CASE CAR OF
    '1' : ALEUR(9,49,TINI);
    '2' : ALEUR(12,47,X1);
    '3' : ALEUR(15,46,MP);
  END;
  UNTIL CAR = ' ';
END;

```

```

PROCEDURE ENTREESECHAGE(VAR TP,VR,NMEL,EFP:REAL);
BEGIN
  REPEAT
    GOTOXY(20,3);WRITE('***** CONDITIONS SECHAGE *****');
    GOTOXY(10,9);WRITE('1 : TEMPERATURE DE LA PLAQUE (°K) : ',TP:5:2);
    GOTOXY(10,12);WRITE('2 : VITESSE DE ROTATION (t/mn) : ',VR:3:2);
    GOTOXY(10,15);WRITE('3 : NOMBRE DE MELANGE : ',NMEL:3:2);
    GOTOXY(10,18);WRITE('4 : EPAISSEUR COUCHE FIXE (mm) : ',EFP:3:2);
    GOTOXY(5,20);WRITE('TAPEZ D"ABORD VOTRE CHOIX ENSUITE LA
VALEUR PUIS <RET>');
  REPEAT
    READ(KBD,CAR);
  UNTIL CAR IN CAROK;
  CASE CAR OF
    '1' : ALEUR(9,46,TP);
    '2' : ALEUR(12,43,VR);
    '3' : ALEUR(15,34,NMEL);
    '4' : ALEUR(18,43,EFP);
  END;
  UNTIL CAR = ' ';
END;

```

```

PROCEDURE SORTIERES(VAR FILNAM:CARAC);
BEGIN
  GOTOXY(20,3);WRITE('***** SORTIE SUR FICHIER *****');
  GOTOXY(10,9);WRITE('NOM DU FICHIER RESULTAT : ');
  READLN(FILNAM);
END;

```

```

FUNCTION LV(TCAL:REAL):REAL;
VAR LV1:REAL;

BEGIN
  LV:=4185*(597.3-0.56*(TCAL-273));
END;

```



```
FUNCTION PSAT(TAL:REAL):REAL;  
BEGIN  
  PSAT:=EXP(23.462-(3978.205/(TAL-39.81)));  
END;
```

```
FUNCTION PV(TCL,HR:REAL):REAL;  
BEGIN  
  PV:=HR*PSAT(TCL)/100.;  
END;
```

```
FUNCTION CPAS(TCAL:REAL):REAL;  
BEGIN  
  CPAS:=1000.5+1.6035E-2*(TCAL-273.15);  
END;
```

```
FUNCTION CPVE(TCAL:REAL):REAL;  
BEGIN  
  CPVE:=-0.734*(TCAL-273.15)+1850;  
END;
```

```
FUNCTION ROAH(TCAL,RA:REAL):REAL;  
BEGIN  
  ROAH:=1.293*(273.15/TCAL)*(DELTA*(1+RA)/(DELTA+RA));  
END;
```

```
FUNCTION COAS(TCAL:REAL):REAL;  
BEGIN  
  COAS:=(-5.307E-5*SQR(TCAL)+0.1105*TCAL-1.9649)/1000;  
END;
```

```
FUNCTION COVE(TCAL:REAL):REAL;  
BEGIN  
  COVE:=7.929E-3*EXP(0.0030449*TCAL);  
END;
```

```
FUNCTION VIAS(TCAL:REAL):REAL;  
BEGIN  
  VIAS:=(-3.0481E-5*SQR(TCAL)+0.066483*TCAL+1.2794)*1E-6;  
END;
```

```
FUNCTION VIVE(TCAL:REAL):REAL;  
BEGIN  
  VIVE:=(0.4*TCAL-29.0971)*1E-7;  
END;
```

```
FUNCTION CPW(TCAL:REAL):REAL;  
BEGIN  
  CPW:=4968.3-5.1752*TCAL+8.47E-3*SQR(TCAL);  
END;
```

```
FUNCTION COW(TCAL:REAL):REAL;  
BEGIN  
  COW:=-0.47857+5.8337E-3*TCAL-7.3102E-6*SQR(TCAL);  
END;
```



```

FUNCTION CPBI(TCAL:REAL):REAL;
BEGIN
  CPBI:=0.1264*TCAL+1124.0-0.3415E+8/SQR(TCAL);
END;

```

```

FUNCTION AE1(Z:REAL):REAL;
VAR ZA,DET:REAL;
BEGIN
  ZA:=8.86-1./Z;
  DET:=SQR(ZA)+43.68;
  AE1:=(ZA+SQR(DT))/17.43;
END;

```

```

FUNCTION AE2(Z:REAL):REAL;
BEGIN
  AE2:=1.667*Z+0.2;
END;

```

```

FUNCTION COWB(TCAL:REAL):REAL;
VAR KR,COA1,DIF,KDIF,LVM,PS2,K1,K2,K3,K4:REAL;
  KP,KG,COW1,LM,KH,N1,N2,N,CA1,CA2,CA3,CA4,CA5:REAL;
  LMA1,LMA2,LMA,LMV1,LMV2,LMV,KC1,KC2,KC,KBW:REAL;

```

```

BEGIN
  KR:=4.0*CS*SQR(TCAL)*TCAL*DBI/(2.0/EMIB-1.0);
  PS2:=PSAT(TCAL)*AW;
  COA1:=PS2*COVE(TCAL)/PT+(1.0-PS2/PT)*COAS(TCAL);
  DIF:=(2.252/PT)*EXP(1.81*LN(TCAL/273.15));
  LVM:=LV(TCAL)*MH2O;
  KDIF:=ZZ*DIF*PS2*SQR(LVM)/(SQR(R)*SQR(TCAL)*TCAL*(1-PS2/PT));
  COW1:=COW(TCAL);
  K1:=(1.0-POBI)*COBI+FIW*COW1+B1*(POBI-FIW)*(COA1+KDIF)+
    (1.0-B1)*(POBI-FIW)*COA1;
  K2:=1.0/(((1.0-POBI)/COBI+FIW/COW1+B1*(POBI-FIW)/(COA1+KDIF)+
    (1.0-B1)*(POBI-FIW)/COA1);
  KP:=1.0/(((1.0-AMIC)/K1+AMIC/K2);
  K3:=B1*(COA1+KDIF)+(1.0-B1)*COA1;
  K4:=1.0/(B1/(COA1+KDIF)+(1.0-B1)/COA1);
  KG:=1.0/(((1.0-AMAC)/K3+AMAC/K4);
  LMA1:=82.8326*SQR(R/MAIR)*(2.0-ACC)*COAS(273.0);
  LMA2:=ACC*PT*(2.0*CPAS(273.0)-R/MAIR);
  LMV1:=82.8326*SQR(R/MH2O)*(2.0-ACC)*COVE(273.0);
  LMV2:=ACC*PT*(2.0*CPVE(273.0)-R/MH2O);
  LMA:=LMA1/LMA2;
  LMV:=LMV1/LMV2;
  LM:=(PS2*LMV/PT+(1.0-PS2/PT)*LMA)*(TCAL/273.0);
  KH:=1.0+LM/DBI;
  KR:=KR/KG;
  KP:=KP/KG;
  N1:=(1.0+(KR-B2/KH)/KP)*KH;
  N2:=B2*(KH-1.0)*(1.0+KR/KP);
  N:=N1-N2;
  CA1:=B2*KH*(KP+KR-1.0)/KP;
  CA2:=(KP+KR)*KH;
  CA3:=B2*(1.0+(KH-1.0)*(KP+KR));
  CA4:=KR*KH-B2*(1.0+(KH-1.0)*KR);
  CA5:=(B2-1.0)*KH/N;

```



```

KC1:=CA1*LN(CA2/CA3)/SQR(N);
KC2:=(B2+1.0)*CA4/(2*B2);
KC:=KC1+KC2-CA5;
KC:=KC*2.0/N;
KBW:=(1.0-SQRT(1.0-POBED))*POBED*(1.0/(POBED-1.0+KH)+KR)
+SQRT(1.0-POBED)*(TCO*KP+(1.0-TCO)*KC);
COWB:=KBW*KG;
END;

```

```

FUNCTION CORAD(TS,TG:REAL):REAL;
BEGIN
CORAD:=EMIB*CS*(SQR(SQR(TS))-SQR(SQR(TG)))/(TS-TG);
END;

```

```

FUNCTION COCON(TR2,TB3:REAL):REAL;
VAR RA3,PV3,PV2,RO1,GR,REF,RER,NU,NUT,NUL:REAL;
BEGIN
PV3:=PSAT(TB3)*AW;
RA3:=DELTA*PV3/(PT-PV3);
RO1:=ROAH(TB3,RA3);
GR:=SQR(L)*L*G*(RO2-RO1)/(SQR(VCAH)*RO1);
REF:=VA*L/VCAH;
RER:=SQRT(SQR(REF)+GR/2.5);
NUT:=0.037*EXP(0.8*LN(RER))*PR/(1.0+2.44*(EXP((2.0/3.0)*LN(PR))-1.0)
*EXP(-0.1*LN(RER)));
NUL:=0.664*EXP((1.0/3.0)*LN(PR))*SQRT(RER);
NU:=0.3+SQRT(SQR(NUL)+SQR(NUT));
COCON:=2.5*NU*COAH/L;
END;

```

```

FUNCTION PENWB(TAL:REAL):REAL;
VAR EFF:REAL;
BEGIN
EFF:=COWB(TAL)*(CPBI(TAL)+X[1]*CPW(TAL))*ROAP;
PENWB:=PIRAC*SQRT(EFF/TR);
END;

```

```

FUNCTION COWS(TAL:REAL):REAL;
VAR LMA1,LMA2,LMA,LMV1,LMV2,LMV,LM,HW1,HW2,HW3,HW4,HWP,HRD,
COV1,PV2:REAL;
BEGIN
PV2:=PSAT(TAL)*AW;
LMA1:=82.8326*SQRT(R/MAIR)*(2.0-ACC)*COAS(273.0);
LMA2:=ACC*PT*(2.0*CPAS(273.0)-R/MAIR);
LMV1:=82.8326*SQRT(R/MH2O)*(2.0-ACC)*COVE(273.0);
LMV2:=ACC*PT*(2.0*CPVE(273.0)-R/MH2O);
LMA:=LMA1/LMA2;
LMV:=LMV1/LMV2;
LM:=(PV2*LMV/PT+(1.0-PV2/PT)*LMA)*(TAL/273.0);
COV1:=PV2*COVE(TAL)/PT+(1.0-PV2/PT)*COAS(TAL);
HW1:=1.0+2.0*(LM+RUG)/DBI;
HW2:=LN(1.0+DBI/(2.0*(LM+RUG)));
HW3:=4.0*COV1/DBI;
HWP:=HW3*(HW1*HW2-1.0);
HRD:=4.0*EMIP*CS*SQR(TAL)*TAL;
HW4:=HW3/(2.0*DERAC+4.0*(LM+RUG)*DBI);
COWS:=TREC*HWP+(1.0-TREC)*HW4+HRD;
END;

```

```

PROCEDURE CALCULFONC2(TP1,TL,TB1:REAL;VAR FNC:REAL);
VAR TL1,TL2,CO:REAL;
BEGIN
TL1:=(TP1+TB1)/2.0;
TL2:=(TL+TB1)/2.0;
CO:=1.0/(1.0/COWS(TL1)+EPF*0.01);
FNC:=CO*(TP1-TB1)-PENWB(TL2)*(TB1-TL);
END;

```

```

PROCEDURE TEMPCONTACT(TPLA,TLIT:REAL;VAR TH:REAL);
VAR T1,T2,T3,TL1,TL2,F1,F2:REAL;
BEGIN
T1:=TLIT;
T2:=TPLA;
REPEAT
T3:=(T1+T2)/2.0;
CALCULFONC2(TPLA,TLIT,T1,F1);
CALCULFONC2(TPLA,TLIT,T3,F2);
IF F1*F2<0 THEN
T2:=T3
ELSE
T1:=T3;
UNTIL ABS(F2)<0.2;
TH:=T3;
END;

```

```

PROCEDURE CALCULFONC1(TR1,TL,TB1:REAL;VAR FNC:REAL);
VAR ERAD,EC1,MV,TB2:REAL;
BEGIN
TB2:=(TL+TB1)/2.0;
IF TB1<>TR1 THEN ERAD:=CORAD(TB1,TR);
EC1:=COCON(TR1,TB1);
MV:=EC1*DELTA*LN((PT-PV1)/(PT-PSAT(TB1)*AW))/CPAH;
FNC:=PENWB(TB2)*(TL-TB1)-MV*LV(TB1)-(EC1+ERAD)*(TB1-TR1);
END;

```

```

PROCEDURE TEMPSURFACE(TAIR,TLIT:REAL;VAR TC:REAL);
VAR T1,T2,T3,F1,F2:REAL;
BEGIN
T2:=TAIR;
T1:=TLIT;
REPEAT
T3:=(T1+T2)/2.0;
CALCULFONC1(TAIR,TLIT,T1,F1);
CALCULFONC1(TAIR,TLIT,T3,F2);
IF F1*F2<0 THEN
T2:=T3
ELSE
T1:=T3;
UNTIL ABS(F2)<0.2;
TC:=T3;
END;

```



```

PROCEDURE CARACMATERIAU(VAR DB,POB,RU,EMB,EMP,ROB,
  COB,AMI,AMA,TC,POL,TRE,ROA,POG,AC,FC:REAL);
BEGIN
  DB:=2000.0;
  POB:=0.59;
  RU:=5.0E-5;
  EMB:=0.8;
  EMP:=0.7;
  ROB:=3000.0;
  COB:=30.0;
  AMI:=0.8;
  AMA:=0.2;
  TC:=0.0077;
  POL:=0.4;
  TRE:=0.8;
  POG:=POL+(1-POL)*POB;
  ROA:=ROB*(1-POG);
  FC:=1.25;
  AC:=0.8;
END;

```

```

BEGIN
  REPEAT
    CLRSCR;
    GOTOXY(20,3);WRITE('*****');
    GOTOXY(20,4);WRITE('*  MENU  *');
    GOTOXY(20,5);WRITE('*****');
    GOTOXY(10,10);WRITE('1 : CARACTERISTIQUES DE L"AIR');
    GOTOXY(10,12);WRITE('2 : CARACTERISTIQUES DU PRODUIT');
    GOTOXY(10,14);WRITE('3 : CARACTERISTIQUES DU SECHAGE');
    GOTOXY(10,16);WRITE('4 : SORTIE DES RESULTATS');
    GOTOXY(5,20);WRITE('ENTREZ VOTRE CHOIX (0 POUR TERMINER) :');
    CAROK:=['0','1','2','3','4',' '];
    REPEAT
      READ(KBD,CAR);
    UNTIL CAR IN CAROK;
    CLRSCR;
    CASE CAR OF
      '1' : ENTREEAIR(TA,VA,HRA);
      '2' : ENTREEPRODUIT(TB0,X0,MO);
      '3' : ENTREESECHAGE(TW,Z,NMIX,EPF);
      '4' : SORTIERES(NOMFICH);
    END;
    UNTIL CAR='0';
    CLRSCR;
    DW:=0.24;
    A:=PI*SQR(DW/2.0-0.02);
    L:=PI*DW/8.0;

```

```

CARACMATERIAU(DBI,POBI,RUG,EMIB,EMIP,ROBI,COBI,AMIC,AMAC,TCO,
  POBED,TREC,ROAP,POT,ACC,CF);
  MDRY:=MO*1E-3/(1.0+X0);
  H:=MDRY/(ROAP*A);
  TR:=(60.0*NMIX/Z);
  DBI:=DBI*1E-6;
  PV1:=PV(TA,HRA);
  RA1:=DELTA*PV1/(PT-PV1);

```

```

RO2:=ROAH(TA,RA1);
COAH:=PV1*COVE(TA)/PT+(1.0-PV1/PT)*COAS(TA);
VIAH:=PV1*VIVE(TA)/PT+(1.0-PV1/PT)*VIAS(TA);
VCAH:=VIAH/RO2;
CPAH:=(1.0-RA1)*CPAS(TA)+RA1*CPVE(TA);
PR:=CPAH*VIAH/COAH;
XR:=(POBI*1000.0)/((1.-POBI)*ROBI);
B2:=CF*EXP((10.0/9.0)*LN((1.0-POBED)/POBED));
TBED[1]:=TB0;
X[1]:=X0;
I:=1;
ASSIGN(DATFILE,NOMFICH);
REWRITE(DATFILE);
CLRSCR;

```

REPEAT

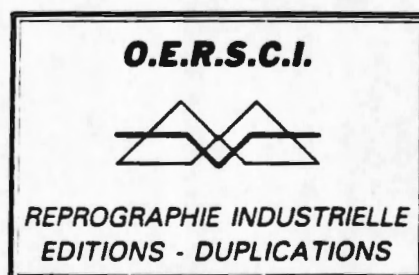
```

GOTOXY(25,3);WRITE('Itération n° : ',I);
GOTOXY(1,7);
IF X[1]>XR THEN
BEGIN
AW:=1.;
ZZ:=1.;
B1:=1.;
FIW:=POBI;
END
ELSE
BEGIN
ZZ:=X[1]/XR;
AA:=1.-ZZ;
BB:=SQR(SQR(SQR(AA)))*AA;
B1:=1.-BB;
FIW:=POBI*ZZ;
IF X[1]<0.42 THEN
AW:=AE1(X[1])
ELSE
AW:=AE2(X[1]);
END;
TEMPSURFACE(TA,TBED[1],TS[1]);
TCALC:=(TBED[1]+TS[1])/2.0;
PS1:=PSAT(TS[1])*AW;
HC:=COCON(TA,TS[1]);
HRAD:=CORAD(TS[1],TA);
MVF:=HC*DELTA*LN((PT-PV1)/(PT-PS1))/CPAH;
QL:=(HC+HRAD)*(TS[1]-TA);
QLAT:=MVF*LV(TS[1]);
TEMPCONTACT(TW,TBED[1],TH[1]);
TCALC:=(TBED[1]+TH[1])/2.0;
HWB:=PENWB(TCALC);
T1:=(TH[1]+TW)/2.0;
HWS:=1/(1/COWS(T1)+EPF*0.01);
QIN:=HWB*(TH[1]-TBED[1]);
QSEN:=QIN-QLAT-QL;
TBED[2]:=(QSEN*TR)/((CPBI(TBED[1])+X[1]*CPW(TBED[1]))*ROAP*H)
+TBED[1];
X[2]:=X[1]-(MVF*TR*A)/MDRY;
WRITELN(DATFILE,I*TR:5:1,',',TBED[1]:3:2,',',MVF*3600:2:3,',',
,X[1]:3:3,',');
X[1]:=X[2];

```

```
TBED[1]:=TBED[2];  
I:=I+1;  
UNTIL MVF*3600<1E-2;  
CLOSE(DATFILE);  
END.
```


*Office d'Édition de la Recherche Scientifique
et Coopération Internationale*



*Parc Modulopolis H 1 Zone Euromédecine
Montpellier 67.52.20.05*

Résumé :

Après avoir mesuré les propriétés thermodynamiques (isothermes de désorption), physiques (masse volumique, granulométrie) et thermiques (conductivité, chaleur massique) de la pulpe de manioc en fonction de la température et de l'humidité, nous avons déterminé expérimentalement les cinétiques de séchage de ce produit ainsi que celles d'un produit modèle (billes d'alumine) en fonction des variables opératoires : température de la plaque, humidité initiale et vitesse de rotation de l'agitateur. Par ailleurs nous avons étudié l'évolution du taux de gélatinisation de l'amidon en fonction de ces mêmes variables opératoires.

Les transferts couplés de masse et de chaleur (cinétiques de séchage, température moyenne de la couche) ont été interprétés à l'aide du modèle de la pénétration de la chaleur à travers la couche. Ces résultats serviront à optimiser un procédé industriel de fabrication du gari.

Mots-clés :

Séchage par contact, Manioc, Cinétiques séchage, Gélatinisation, Isothermes de désorption, Amidon, Modélisation, Gari.

Abstract :

After measuring the thermodynamical (desorption isotherms), physical (density, granulometry) and thermal (conductivity, specific heat) properties of cassava mash as a function of temperature and humidity, we determined experimentally the drying kinetics of this product and of a model system (alumina particles) as a function of operating variables : plate temperature, initial moisture content and speed of agitation. Moreover, we studied the evolution of the degree of gelatinization of starch with those same operating variables.

The coupled heat and mass transfer (drying kinetics, mean bed temperature) were interpreted by a model based on heat penetration theory. These results will be useful to optimize an industrial process for gari production.

Keywords :

Contact drying, Cassava, Drying kinetics, Gelatinization, Desorption isotherms, Starch, Modeling, Gari.